

「革新的新構造材料等研究開発」

事業原簿【公開】

担当部	国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 材料・ナノテクノロジー部
-----	---

2.3 研究開発項目③「革新的チタン材の開発」

2.3.1 [テーマ番号10]「チタン材一貫製造プロセス技術開発」(2014年度～2020年度)

2.3.1.1 テーマの概要

(1)背景と目的

チタン材は軽量で、高強度、高耐食性を示すため、航空機等の輸送機器やエネルギー・インフラ分野などで広く利用されている。例えば熱交換器向けには純チタン展伸材が使用されており、性能面で日本勢がリードしている。今後も市場が拡大すると考えられるが、近年、新興国が低コストを武器にシェアを増やしており、国際的なコスト競争力の確保が求められる。純チタン展伸材の適用が想定される新規市場として、次世代エネルギー供給源として注目される海洋温度差発電システムの普及が計画されている。海水環境下で利用する発電システムであり、熱交換器には耐食性に優れた純チタン展伸材の利用が必須である。本市場は、現時点では日本が競争力を保有しているものの、今後、着実に普及させるためには各種部材を大幅に低コスト化する必要がある、純チタン展伸材においても抜本的な低コスト化が大きな課題である。

もう一方の主要用途である航空機分野において、近年、軽量材料であるCFRPの機体部材への利用が増加している。従来、機体部材に使用されているアルミニウム合金は、CFRPとの接触部で電食等が問題となる。そのため、アルミニウム合金に代わりチタン合金が利用される傾向が強まり、今後、チタン材の需要拡大が見込まれる。しかしながら、本分野は欧米メーカーの寡占が続いており、日本勢の本格参入のためには低コスト化と差別化製品が必要である。

しかしながら、チタン材の従来プロセスは複雑で歩留まりが悪いことから高コストを免れない。具体的には、チタン鉱石から酸素を取り除き金属チタンを得る精錬工程において、チタンは酸素との結合力が強く、精錬工程に多くの電力が必要となるため、金属チタン原料が非常に高価となる。精錬工程後の溶解鑄造工程ではインゴット(バルク状の金属チタン)を製造し、熱間・冷間加工にて展伸材に仕上げるが、チタンは表面が酸化し易く、圧延ロールとの焼付きが生じ易いため、材料の歩留まりや生産性を悪下させ、コスト低減を阻んでいる。更に、素材から部材に加工する工程も、高コスト要因となっている。

以上の背景から、本研究では、チタン材の用途拡大と国際競争力の強化を狙い、スクラップ等のチタン低廉原料を活用可能とする溶解脱酸プロセスを含む、革新的なチタン材一貫製造プロセス技術の開発、及び、部材加工に着目した加工性と強度特性に優れた材料開発に取り組んだ。

(2)目標値

表 3-2.3.1-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
1. チタン低廉原料の 溶解脱酸技術の開発	・溶解脱酸手法の 抽出（酸素濃度： 300ppm以下）	・溶解脱酸を実現 する実機プロセス の技術課題明確化 （酸素濃度： 300ppm以下） （2017年度）		
2. 一貫製造プロセス 技術の開発と強度・ 加工性に優れたチタ ン材の開発	・一貫製造プロセ スと、現行材比で 強度20%向上させ る材料コンセプト の小規模実験での 抽出。	・一貫製造プロセ スと、現行材比で 強度20%向上させ る材料を量産実現 するための課題抽 出。	・現行材比で強度 20%向上のスケ ールアップ検証。 （2020年度）	

(3)全体計画

2014年度～2015年度

溶解脱酸プロセス開発、一貫製造プロセス開発、及びチタン材の開発に必要な要素技術課題に対する解決コンセプトの抽出

2016年度～2017年度

第1期に抽出した解決コンセプトに対する小規模実験での検証、及び実機プロセス実現の課題抽出

2018年度～2020年度

チタン材の開発におけるスケールアップ検証

(4)実施体制

以下の体制で研究を推進している。

2014年度～2015年度：神戸製鋼所に12研究室の再委託先を加えた体制

2016年度～2017年度：神戸製鋼所に8研究室の再委託先を加えた体制

2018年度：神戸製鋼所に4機関の再委託先を加えた体制

2019年度～2020年度：神戸製鋼所

(5)運営管理

再委託先とは個別課題毎に数か月に1度の頻度で打ち合わせを行い、研究の方向性の共有化に努めることで、効果的な研究推進を図った。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

本研究の成果を基に、国際競争力に優れる低コストで高性能なチタン材を製造でき、引き続き拡大が想定されるチタン需要を取り込み、日本のプレゼンスを拡大できる。

2.3.1.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.3.1-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成度※	未達の場合 原因と解決方針
1. チタン低廉原料の溶解脱酸技術の開発	・溶解脱酸を実現する実機プロセスの技術課題明確化(酸素濃度：300 mass ppm 以下)(2017 年度)	・低廉原料を模擬した初期酸素濃度の原料に対して、目標値(300 mass ppm)以下に脱酸できる技術を提示し、小規模実験で検証した。 ・見出した技術を活用した実機プロセスの概念と技術課題を示した。	○	
2. 一貫製造プロセス技術の開発と強度・加工性に優れたチタン材の開発	・現行材比で強度20%向上のスケールアップ検証。(2020 年度)	・一貫製造プロセスについて、小規模実験と解析技術を併用し、実現可能なプロセスをラボ検討にて提示した。見出した技術を活用した実機プロセスの概念と技術課題を示した。 ・高強度高加工性チタン材の開発に関しては、強度20%向上を小規模実験にて検証した後、スケールアップ検証を完了した。	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

チタン素材の従来プロセス例と本テーマの開発プロセスの狙いを図 3-2.3.1-1 と図 3-2.3.1-2 に模式的にそれぞれ示す。本研究では、チタン材の用途拡大と国際競争力の強化を狙い、スクラップ等のチタン低廉原料を活用可能とする溶解脱酸プロセスを含む、革新的なチタン材一貫製造プロセス技術の開発、及び強度・加工性に優れたチタン材の開発に取り組んだ。

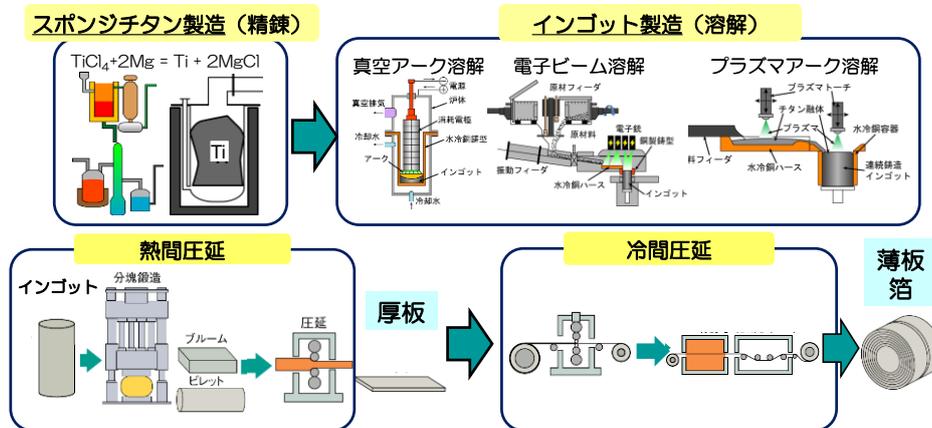


図 3-2.3.1-1 チタン素材の従来プロセス例

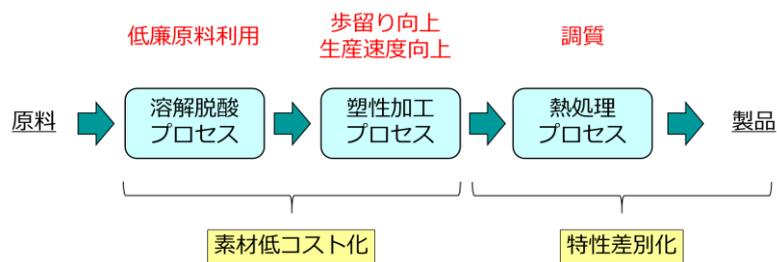


図 3-2.3.1-2 開発プロセスの狙い

①チタン低廉原料の溶解脱酸技術開発

チタン材は高純度の金属チタン原料（工業的には、スポンジチタンと呼ばれる）を溶解し、成分調整の後、所定の形状に凝固させたインゴットを得て、その後、圧延等の加工を施し製造される。金属チタン原料を得るには、精錬工程にてチタン鉱石から酸素を取り除く必要があるが、チタンは鉄やアルミニウムと比べて酸素との結合力が非常に強いため、金属チタン原料の製造プロセスは複雑で、且つ多くの電力を要することから、非常に高価なことが課題である。

これまでに、金属チタン原料の精錬工程を抜本的にコストダウンすることを目的に、「チタン鉱石の直接還元」等のプロセス開発が行われたが工業化に至っていない。高価なスポンジチタンを利用する代わりに、廉価なスクラップやチタン鉱石等をインゴットの溶解原料に直接利用できればチタン材の低コスト化を図れるが、酸素を主とする不純物元素濃度が高くなり、チタン材の製品に必要な延性や成形性等の特性が大きく低下し問題が生じる。

そこで本研究では、チタン材を抜本的に低コスト化するため、チタン原料として、低コストのスクラップやチタン鉱石等の不純物酸素濃度が高い低廉原料を使いこなすことを狙い、低廉原料中の不純物酸素を溶解工程で迅速に除去し、高効率に高純度な（低酸素濃度の）チタン材を得る革新的なプロセス開発に取り組んだ。

そこで、低廉チタン原料の活用に資する、原料中に含まる酸素を除去する溶解脱酸技術の開発を行い、まず目標（酸素濃度 300 mass ppm 以下）を達成する 280 mass ppm の酸素濃度まで脱酸できることを小規模実験で検証できた。但し、脱酸後には、低酸素濃度チタン材の他に副生成物が生成し、その除去が課題であった。次に、本溶解脱酸技術を基に製造工程の基礎設計を行った。その際、課題であった副生成物の除去プロセスを見出し、この除去プロセスも組み入れて、低コストの低廉原料を利用可能とする脱酸プロセスフローを見出した。

②一貫製造プロセス技術の開発と強度・加工性に優れたチタン材の開発

一貫製造プロセス技術は、溶解脱酸技術を含む素材の低コスト化に関するプロセス開発と、素材の特性向上に関する課題で構成されている。素材の低コスト化プロセス技術は、溶解脱酸技術と塑性加工技術で構成されている。前項で溶解脱酸技術の成果を述べた。本項では、まず、低コスト化プロセス技術に関する塑性加工技術の成果を述べ、次に素材の特性向上に関する取り組み成果を述べる。

一貫製造プロセスの実現には、インゴットを圧下し厚板を得るプロセスにおいて、圧下荷重と素材の外寸形状変化を整合させる必要がある。そこで、数値シミュレーションを活用して実現性検討を行った。圧下荷重を現実性のある設定値以下に低減するべく、圧下手法を検討した。圧下パス数と圧下治具形状の工夫により、圧下荷重と素材の外寸形状変化が整合する一貫製造プロセス案を抽出できた。次に、そのプロセス案を基にスケールアップ時の装置構成を検討した。インゴット表面には、凹凸や疵が生じており、圧下プロセスにおいて割れに進展する虞がある。そのため、加工前に存在していた素材の表面凹凸や疵が、その後の圧下プロセスに及ぼす影響を検討した。そこで、インゴットの表面凹凸を模擬したV字の溝を素材表面に機械加工で形成し、圧下加工を行った。その結果、本プロセスで想定している加工温度では割れへは進展せず、高温に管理できれば割れ発生の懸念はないことを確認した。圧下プロセスの最中は、表面からの抜熱により素材温度が低下するため、温度管理が重要である。以上の、圧下荷重、外寸形状変化、温度管理に係る知見を統合し、最終的にスケールアップ時の装置構成を具体化した。チタン材の低コスト化には生産性向上が必要である。そのため、次に、薄板の圧延プロセスに対して検討を行った。高生産性実現を阻害する要因は圧延工程での焼付きである。そこで、焼付き防止技術の開発に取り組み、広範囲の圧下率と圧延速度条件における効果を小規模実験で検証した。その結果、高速・高圧下圧延により生産性を約5倍にできることを示した。将来は生産性10倍の実現を狙っている。その実現には広幅・高速圧延が必要と考えており、圧延材形状の制御が課題になる。この課題に対して、数値シミュレーションにて解決策を検討し、ロール形状の適正化等により、狙いの広幅化を実現できる目途を得た。

本研究では低廉チタン原料を活用した低コストチタン材の創成を狙っているが、チタン材の適用拡大には、低コスト化と性能向上の両立が必須であり、成分と組織制御による性能向上を並行して実現する必要がある。そこで、純チタン展伸材の用途を想定し、加工性能として成形性に着目し、強度成形性に優れるチタン材の開発に取り組んだ。図3-2.3.1-3に強度と成形性の関係を示す。圧延と熱処理をベースとしたプロセスにおいて組織設計コンセプトを抽出し、小規模実験にて強度20%向上を検証した。その際、プロセス範囲を拡大できる成分調整のコンセプトも抽出できた。スケールアップ検証を行うため、熱処理炉を導入した。チタンは活性な金属であり、大気雰囲気で行うとチタン表面に脆い酸化層が形成される。そのため、不活性ガス雰囲気に制御でき、大面積の板を熱処理可能な均熱性に優れる炉を導入した。所望の熱処理パターンを再現するための条件設定を行い、A4サイズの板を熱処理し、代表製品を模擬した金型による成形性を評価し、スケールアップ時の強度成形性向上を検証した。

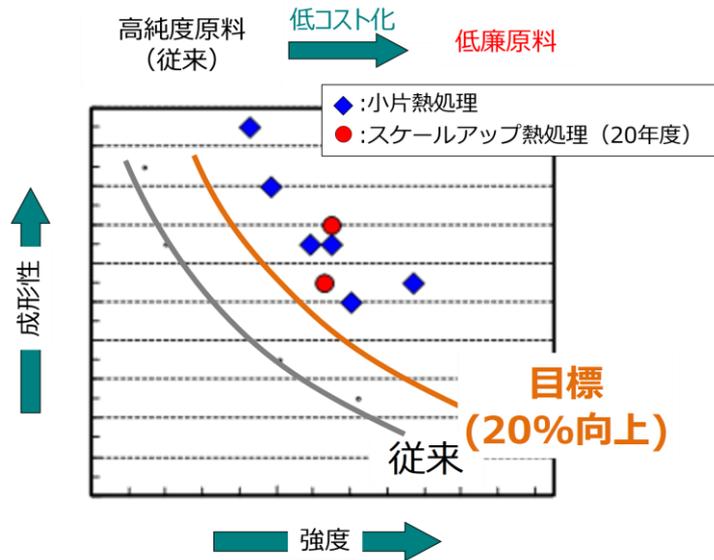


図 3-2.3.1-3 強度と成形性

更に、航空機向け用途を想定し、加工性能として被削性に着目し、強度と被削性に優れたチタン材の開発に取り組んだ。過去に株式会社神戸製鋼所にて独自に開発された既存合金をベースに、本プロジェクトにて合金成分の添加、及び、熱処理プロセスの適正化を行った。まず、小規模実験で合金の基礎コンセプトを検討し、強度 20%向上を達成した。スケールアップ検証においては、量産相当サイズの 1 トン 鋳塊を溶製し、試作した厚板に対して、強度、破壊靱性、被削性等を評価した。図 3-2.3.1-4 に熱処理材の耐力と破壊靱性のバランスを示す。熱処理条件を変えることで、目標の強度 20%向上を実現できること、及び、強度と破壊靱性のバランスが従来材と同等以上となる部材を作製できることを確認した。図 3-2.3.1-5 に模擬部材の加工位置ごとの被削性を示す。被削性は、小片試験片での評価及び模擬部材の切削加工により評価した。小片試験片での評価において、実構造部材の切削加工で用いられる各種切削法（ミリング、旋削、ドリル）を対象に評価を行い、模擬部材の加工方案を設計した。そして、模擬部材を切削で加工し、被削性が従来材と同等以上であることを検証し、部材コストを低減可能であることを示した。

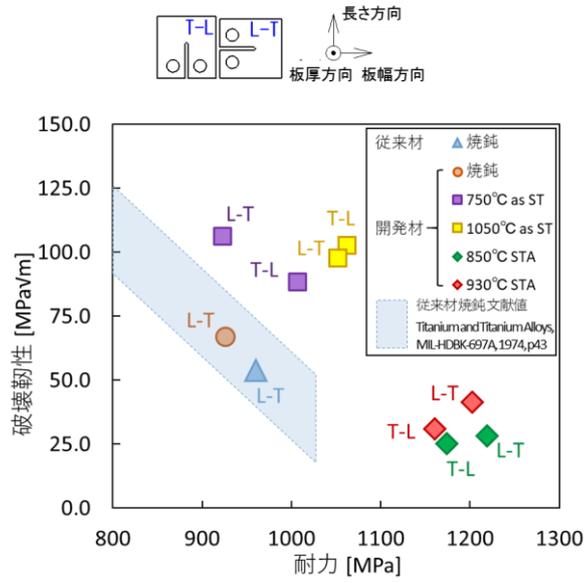


図 3-2.3.1-4 熱処理材の耐力と破壊靱性のバランス

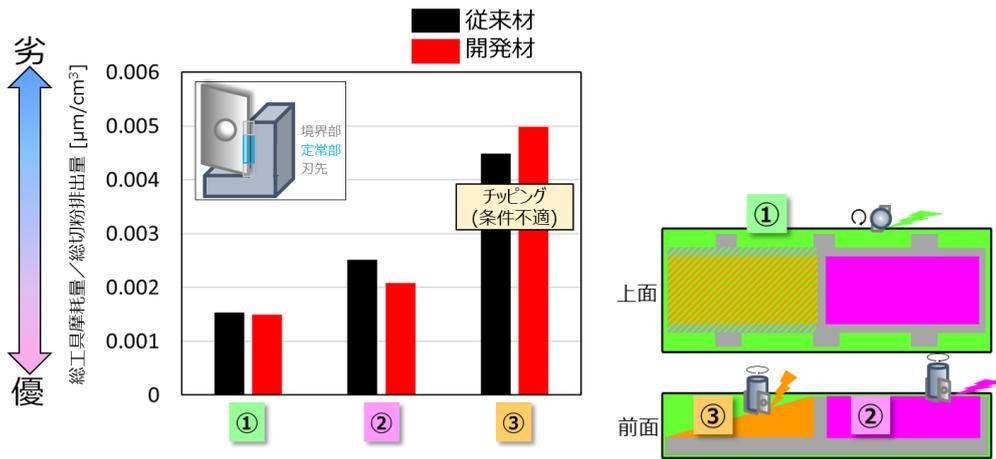


図 3-2.3.1-5 模擬部材の加工位置ごとの被削性

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.3.1-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	1	0	0	0	0	0	1
2015FY	0	0	13	1	0	0	0	0	1
2016FY	2	0	5	0	0	0	0	0	1
2017FY	0	0	3	0	0	0	0	0	2
2018FY	0	0	4	0	0	0	0	0	1
2019FY	0	0	9	0	0	0	0	0	1
2020FY	1	0	1	0	0	0	0	0	1
合計	3	0	36	1	0	0	0	0	8

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.3.1-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2013FY	0	0	0
2014FY	2	0	0
2015FY	6	0	3
2016FY	5	0	1
2017FY	4	0	1
2018FY	0	0	0
2019FY	0	0	0
2020FY	0	0	0
合計	17	0	5

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.3.1.3 参考文献

特になし

2.3.2 [テーマ番号 1 1] チタン薄板の革新的低コスト化技術開発

(2014 年度～2020 年度)

[テーマ番号 1 2] 高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発

(2014 年度～2015 年度)

2.3.2.1 テーマの概要

(1) 背景と目的

自動車等の輸送機器の燃費改善には、エンジンを始めとした動力機関の効率向上とともに、輸送機器の軽量化が重要な取り組み課題の一つである。チタン材は、現在自動車に主に使用されている鋼材に比べ、密度が小さく比強度に優れているため、チタン材を有効に活用することにより輸送機器の燃費向上によるエネルギー消費量と CO₂ 排出量の削減ができると期待されている。しかしながら、チタン材は、鋼材に比べて複雑で非常に多くの工程によって製造されているために高価であることから、航空機分野では多用されているものの、自動車等の陸上輸送機器への適用は限定的である。

チタン材の利用を促進するためには、チタン製錬やチタン展伸材製造プロセスの生産性向上が必要となる。これら課題に対処する技術として、チタン鉱石から得られる最初の金属チタンであるスポンジチタンから薄板を製造する工程を革新的に短縮を図る「A.高効率チタン薄板製造技術開発」および、チタン鉱石を現行クロール法とは異なる新しい製錬技術により金属チタン化する「B.チタン新製錬技術開発」および、現行のクロール法における不純物元素の汚染を低減する「C.高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発」を行う（図 3-2.3.2-1）。これらの技術開発により、チタン薄板を低コストで製造できる製造工程の確立を目指す。

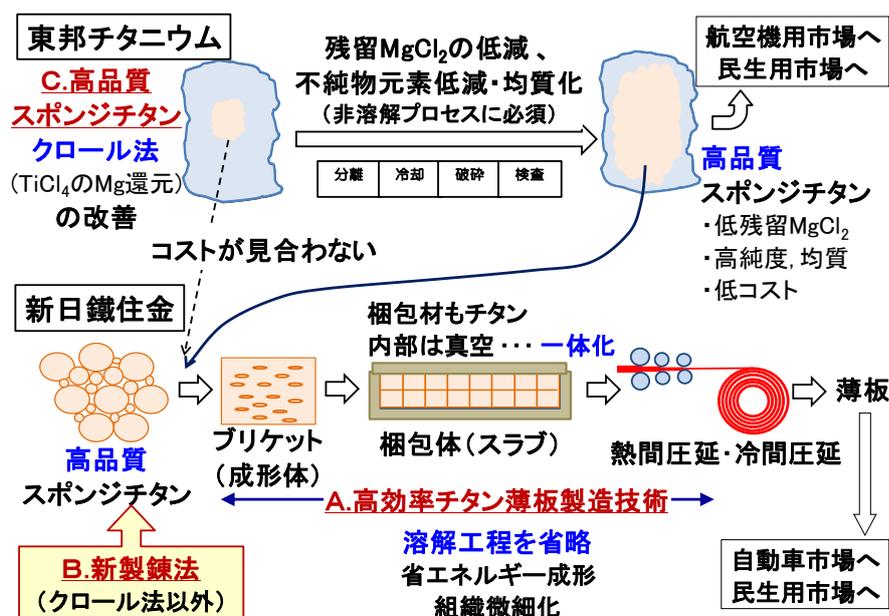


図 3-2.3.2-1 チタン薄板の革新的低コスト化技術開発の概念

(2)位置付け、目標値

A. 高効率チタン薄板製造技術開発

チタン薄板のコストを低減するために、現行プロセスにある溶解工程を省略することで革新的に工程短縮を図る。得られるチタン薄板は、低コストだけでなく現行材と同等以上の特性を有することも求められる。このため、チタン薄板の気孔率や引張特性に関する目標を設定した。

B. チタン新製錬技術開発

現行のクロール法以外の新たな製錬方法を開発する。開発初期3年間は、チタン製錬法ないし新製錬法の実用化を促進する可能性のある基盤シーズを探索する。得られた結果を、チタン製錬メーカーを含めたアドバイザリーボードにて評価を行い、工業化のための技術課題明確化、技術シーズの絞り込み、組み合わせ等を検討する。将来の工業化を検討するに足る目標値として、得られたチタンの不純物とコストダウンを目標に設定した。

C. 高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発

スポンジチタンの生産性および品質低下をまねく不純物汚染を低減する技術を開発する。不純物汚染低減は、A.高効率チタン薄板製造技術開発に必要な要素である。加えて、生産性向上と不純物汚染低減に伴う歩留り向上に寄与する技術を開発しスポンジチタンでのコストダウンも実現する。そのための目標を設定した。開発されたスポンジチタンは、A.高効率チタン薄板製造技術開発で開発された技術と組み合わせることで、チタン材の革新的なコストを実現でき、チタン材の新市場開拓が期待できる。また、当該スポンジチタンは低コストかつ高品質であるため、単体でも、既存の一般スポンジチタン市場や、高品質スポンジチタン市場での国際競争力の向上を期待できる。

【第1期目標（2015年度末）】

「高効率チタン薄板製造技術開発」では、実験室規模の試験を行い、基本設計指針の確認および検証を行う。その際、第2期で実施する工業化に必要な要素技術の検討に向け、小型の梱包体を用いて効率的に課題を抽出する。この検討の成果として、実験室規模で冷間圧延までに行い作製した冷間圧延板の気孔率1%以下を目標とする。

「チタン新製錬技術開発」では、本研究開発は、チタン製錬法ないし新製錬法の実用化を促進する可能性のある基盤シーズ探索として、上記の4課題の研究を、共同研究先として各々4機関と実施する。その結果を、チタン製錬メーカーを含めたアドバイザリーボードにて評価を行い、工業化のための技術課題明確化、技術シーズの絞り込み、組み合わせ等を検討し、2016年度以降の進め方を決定する。

将来の工業化を検討するに足る目標値として、Fe含有量：2000ppm以下、O含有量：1000ppm以下を、ラボスケールで検証することを目標とする。

「高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発」では、スポンジチタンの不純物であるFe、O、Cl濃度を低減できる要素技術を開発する。具体的には下記の値

を目標とする。

Fe：ばらつき範囲 50-500ppm、平均値 200ppm 以下

O：ばらつき範囲 100-200ppm、平均値 150ppm 以下

Cl：300ppm 以下

【第2期目標（2017年度末）】

「高効率チタン薄板製造技術開発」では、実験室規模の試験にて、異なる成分のチタン材とスポンジチタンの組み合わせを検討して、冷間圧延まで行い、高機能化チタン薄板を試作する。この検討の成果として、薄板の引張強度・延性のバランスを現行材より 20%向上させることを目標とする。

さらに、2015年度までに実験室規模での試験で得られた成果をもとに、工業化に必要な要素技術の検討を行う。この検討の成果として、工業的に薄板を製造するプロセスを提案することを目標とする。

「チタン新製錬技術開発」では、2015年度までの結果を受けてチタン製錬メーカーを含めたアドバイザリーボード等の議論を経て決定される方針に従い、工業化の可能性があると判断された技術シーズないし要素技術の組み合わせ技術の研究開発を、再度大学と共同研究する。有望なシーズ技術のひとつである「2価チタンイオンを含む塩からのチタンの電析」に関しては大型ラボ設備を導入し、大型化時の技術検証、課題抽出及びその対策検討を行う。これらの取組みにより製錬プロセス設計指針を提案することを目標とする。

「高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発」では、2015年度までに開発された要素技術を実機スケールで検証し、工業化するための問題点を抽出することを目標とする。

【第3期(最終)目標（2020年度末）】

「高効率チタン薄板製造技術開発」では、これまでに得られた知見を基に、大型試験設備を用いて大型梱包体の組立条件の検討、熱間圧延および冷間圧延における適正な条件を検討し、幅 200mm 以上の大型チタン薄板コイルを試作し、低コスト製造技術確立のために最適な製造プロセスの検討を行う。これらの検討の成果として、薄板の気孔率 0.2%以下とし、現行プロセスに比べてチタン薄板製造のリードタイムが 15%減少することを目標とする。また、異なる成分のチタン材とスポンジチタンの積層組合せを検討し、本プロセスの特徴を活かした高機能チタン薄板を提案する。この検討の成果として、薄板の引張強度・延性のバランスを現行材より 30%向上させることを目標とする。

「チタン新製錬技術開発」では、これまでに得られた知見を基に、大型試験設備を用いて、A4 サイズ、数百 μm 厚さで、 $\text{O} \leq 1000\text{ppm}$ 、 $\text{Fe} \leq 2000\text{ppm}$ のチタン箔を試作する。また、大型試験で、実用化の課題抽出及び対策検討と、自動車部品製造に向けた課題検討を行う。また、工業化が可能と判断される $\text{Fe} \leq 2000\text{ppm}$ 、 $\text{O} \leq 1000\text{ppm}$ の純度で、現行クロール法より 20%コスト削減に必要な要素技術を提示する。

「高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発」では、実機スケールで、 $Fe \leq 200ppm$ 、 $O \leq 150ppm$ 、 $Cl \leq 300ppm$ のスポンジチタンを製造可能な技術、A 級スポンジチタンの歩留りを 85% から 92% に向上可能な技術、スポンジチタンの製造リードタイムを 30% 低減可能な技術を確立する。

研究開発目標を表 3-2.3.2-1 に示す。

表 3-2.3.2-1 研究開発目標

研究開発項目	第一中間目標 (2015 年度末)	第二中間目標 (2017 年度末)	最終目標 (2020 年度末)
高効率チタン薄板製造技術開発	実験室規模の試験を行い、基本設計指針の確認および検証を行い、気孔率 1% 以下の冷間圧延板を製作する	<ul style="list-style-type: none"> 高機能化チタン薄板を試作し、引張強度・延性バランスを現行材より 20% 向上 工業的に薄板を製造するプロセスの提案 	<ul style="list-style-type: none"> 大型試験設備を用いた試作試験を行い、冷間圧延薄板の気孔率 0.2% 以下、現行プロセスに比べて薄板製造のリードタイムを減少 高機能チタン薄板として、引張強度・延性バランスを現行材より 30% 向上。
チタン新製錬技術開発	チタン新製錬の基盤シーズ探索を 4 機関と共同で実施し、工業化に向けた技術シーズの絞り込みを行う。	2015 年度までに開発された要素技術を実機スケールで検証し、工業化のための問題点を抽出	<ul style="list-style-type: none"> 大型試験で、A4 寸法、数百 μm 厚さで、$Fe \leq 2000ppm$、$O \leq 1000ppm$ のチタン箔の試作 実用化の課題抽出及び対策検討、自動車部品製造に向けた課題検討 $Fe \leq 2000ppm$、$O \leq 1000ppm$ の純度で、現行クロール法より 20% コスト削減に必要な要素技術を提示
高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発	Fe 濃度 50~500 ppm、平均値 200ppm O 濃度 100~200ppm 平均値 150ppm Cl 濃度平均 300ppm 以下 を達成するための要素技術を開発	2015 年度までに開発された要素技術を実機スケールで検証し、工業化のための問題点を抽出	実機スケールで以下を実現可能な技術を確立 <ul style="list-style-type: none"> $Fe \leq 200ppm$、$O \leq 150ppm$、$Cl \leq 300ppm$ のスポンジチタンを製造 A 級スポンジチタンの歩留まりを 85% から 92% に向上 製造リードタイムを 30% 低減

(3)全体計画

複雑で高コスト要因となっているチタン薄板製造工程を革新的に改良し、チタンの利用促進に寄与する、チタン精練～チタン材製造プロセスの生産性向上技術ならびにさらなるチタン材の高機能化を達成する技術を開発する。

A. 高効率チタン薄板製造技術開発

「高効率チタン薄板製造技術開発」では、溶解工程を省略し、スポンジチタン（高空隙率のチタン塊）を直接展伸してチタン薄板を製造する技術開発を行う。

初期の3年間（2013～2015年度）は、現行スポンジチタンを用いて実験室規模の試験を行い、本開発プロセスの基本設計指針の確認およびラボ検証を行う。この実験室規模の試験を通して得られた知見より、その後の2年間（2016～2017年度）は、工業化に必要な要素技術の課題の抽出を行う。後半の6年目（2018年度）以降では、大型薄板コイルの製造から実用化に向けた検討を行う。大型試験設備を用いた試験による検証、最適設備設計による低コスト製品特性付与技術の確立を実施する。

また、2016年度からは、本プロセスの特徴を活かした高機能材の開発も実験室規模で推進し、引張強度・延性バランスを向上させた高機能チタン板を提案する。

B. チタン新製錬技術開発

工業展開可能な低コスト新製錬技術の開発のため、製錬法ないし新製錬法の実用化を促進する可能性のある下記の4つの基盤シーズ探索を、共同研究先として各々4機関と、まず3年間（2013～2015年度）実施する。

- ・高温熔融塩を用いた液体 Ti 電解製造技術の研究開発
- ・酸化物還元原料の CaTiO_3 を鉱石から製造する技術の研究開発
- ・2価チタンイオンを含む塩からのチタンの電析技術の研究開発
- ・チタン製造技術へのマイクロ波活用技術の研究開発

これらの結果をチタン製錬メーカーを含めたアドバイザリーボードにて評価を行い、工業化のための技術課題の明確化、技術シーズの絞り込み、組み合わせ等を検討し、2016年度以降の進め方を決定する。

2016年度以降は、基盤シーズ探索の成果をもとに可能性がある判断された有望技術を、再度大学と共同研究を行い、さらに基盤強化の研究開発を実施するとともに、チタン製錬メーカーである東邦チタニウム株式会社（茅ヶ崎分室）に大型ラボ設備を導入して工業化に必要な要素技術の検討を行う。

2016年度以降は、れまでに得られた知見を基に、大型試験設備を用いて、A4寸法、数百 μm 厚さで、 $\text{Fe} \leq 2000\text{ppm}$ 、 $\text{O} \leq 1000\text{ppm}$ のチタン箔を試作する。大型試験で、実用化の課題抽出及び対策検討と、自動車部品製造に向けた課題検討を行う。また、工業化が可能と判断される $\text{Fe} \leq 2000\text{ppm}$ 、 $\text{O} \leq 1000\text{ppm}$ の純度で、現行クロール法より20%コスト削減に必要な要素技術を提示する。

C.高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発

2015年度までに、各目標を達成するための要素技術開発を、主にラボスケール試験や数値シミュレーション等によって凡そ完成させ、2015年度以降、完成した各要素技術の、実機スケール試験を行ない、その効果の実証と最適化を行なう。これにより、2020年度までに、各目標を実機スケールで達成できる技術を確立する。

(4)実施体制

新構造材料技術研究組合（ISMA）の富津分室である日本製鉄株式会社と、茅ヶ崎分室である東邦チタニウム株式会社が共同で実施する。

(5)運営管理

主たる研究実施場所である新構造材料技術研究組合（ISMA）の富津分室および茅ヶ崎分室に、業務管理者および経理責任者を配置して、研究開発業務を適切に運営している。運営に必要な事務作業に関しては、ISMA 事業管理部の管理下にあり、事業管理部の指示のもと着実に作業を行なっている。

技術面に関しては、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）や ISMA 技術企画部に対して所定の報告会を実施している。

また、再委託先とは少なくとも半年に1回、研究進捗打合せを行った。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

「高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発」により、スポンジチタン製造コスト全体の約10%コストダウンを見込む。これにより世界最高水準の高品質と低コストを同時達成できることとなり、既存のスポンジチタン市場で高い国際競争力を得ることが出来る。また、省エネルギー化と言う観点では、約9%の電力削減効果を見込む。これにより、その他の汎用金属に比べて製造時の消費電力が多いチタンの省エネルギー化に貢献する。

また、溶解工程を省略する「高効率チタン薄板製造技術開発」、チタン鉱石を現行クロール法とは異なる新しい製錬技術により金属チタン化する「チタン新製錬技術開発」と合わせて、チタン薄板を低コストで製造できるようになる。さらに、本プロセスの特徴を活かして引張強度・延性バランスを向上させる等、従来にない高機能チタン板が得られる。

これらにより、品質特性を向上しつつある海外製チタン薄板に対し、十分競争力のある、低コストで強度・延性バランスの優れたチタン薄板の製造が可能になる。

本研究開発の対象市場は、高耐食性が主な要求特性である用途（板式熱交換器、電力、化学向け等）や高価ゆえに活用が進まなかった用途（自動車向け（足回り、マフラー等）、民生品）である。また、現行のチタン市場の置き換えではなく、新たなメガ市場を創出することも期待される。

2.3.2.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

最終目標の達成度を表 3-2.3.2-2 に示す。実験室規模の試験や実機規模の試験にて各技術の最適化を行なうことにより、全ての最終目標を 2020 年度末までに達成した。

表 3-2.3.2-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (2020 年度)	研究開発成果	達成度※	未達の場合 原因と解決 方針
高効率チタン薄板製造技術開発	<ul style="list-style-type: none"> ・実機規模の試作試験を行い、冷間圧延薄板の気孔率 0.2%以下、現行プロセスに比べて薄板製造のリードタイムを減少 ・高機能チタン薄板として、引張強度・延性バランスを現行材より 30%向上。 	<ul style="list-style-type: none"> ・実用化サイズの大型梱包体から厚さ 0.5~20mm、幅 200mm 以上のチタン板を製作。その気孔率は 0.2%未満である。 ・提案プロセスにおけるリードタイムは、現行に比べて 15%以上の低減が見込まれる。 ・開発した高機能チタン薄板の強度-延性バランスは、現行材に比べて 30%以上向上した。 	○	
チタン新製錬技術開発	<ul style="list-style-type: none"> ・大型試験で、A4 寸法、数百 μm 厚さで、Fe\leq 2000ppm、O\leq1000ppm のチタン箔の試作 ・実用化の課題抽出及び対策検討、自動車部品製造に向けた課題検討 ・Fe\leq2000ppm、O\leq 1000ppm の純度で、現行クロール法より 20%コスト削減に必要な要素技術を提示 	<ul style="list-style-type: none"> ・A4 寸法、百 μm 以上の厚さで Fe 濃度 0.9ppm、O 濃度 180ppm のチタン箔を作製した。 ・生産性の改善と剥離性が課題であったが条件適正化により生産性を向上させると共に、剥離性評価手法を確立した。 ・新製法は現行法より電力原単位 27%が優れており、20%のコスト削減が可能と見込まれた。 	○	
高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発	<ul style="list-style-type: none"> 実機スケールで、 ・ Fe \leq 200ppm, O \leq 150ppm, Cl \leq 300ppm のスポンジチタンを製造 ・ A 級スポンジチタンの歩留まりを 85%から 92%に向上 ・ 製造リードタイムを 30%低減 	<ul style="list-style-type: none"> 実機スケールで ・ Fe 濃度 200ppm(スポンジチタン塊全体)、O 濃度 150ppm、Cl 濃度 200ppm のスポンジチタンを試作できた ・ A 級スポンジチタンの歩留まりを 8%向上する技術を実証した ・還元反応と真空分離を、それぞれ 30%、50%の高速化が見込まれる技術を開発した。 	○	

(2)研究開発の成果と意義

A. 高効率チタン薄板製造技術開発

「高効率チタン薄板製造技術開発」は、チタンの溶解・鍛造工程を省略し、原料であるスポンジチタンを直接圧延して薄板を製造する方法の開発である。スポンジチタンを圧縮成形してブリケットとし、そのブリケットを梱包材（チタン板）で組立てたチタン箱に入れてチタン梱包体とする。チタン梱包体は、熱間圧延用の素材（スラブ）である。以降の工程は、現行のチタン薄板の製造工程と同様、熱間圧延、酸化層除去（酸洗）、冷間圧延を行って、チタン薄板となる。

「高効率チタン薄板製造技術開発」は、現行のクロール法で製造した種々の品質のスポンジチタンを出発原料として、実験室規模の試験を行ってチタン薄板を試作し、そのチタン薄板の評価を行った。

また、工業化の際の課題を抽出してその対策を検討するために、チタン梱包体を実験室規模でより大型化して試験を行い、大型化したチタン梱包体からチタン薄板コイルを製作した。さらに、強度－延性バランスの向上を目指した高機能チタン薄板の試作、評価を行った。

A-1 基本特性の把握

熱間圧延用の素材となるチタン梱包体は、梱包材であるチタン板で構成されたチタン箱の中にスポンジチタンを充填して、チタン板（梱包材）で蓋をして組み立てた。チタン梱包体は、試験時の取り扱いやすさを考慮して、厚さ 75mm、重量が 3～4kg となる小型梱包体を製作した。

原料のスポンジチタンは、現行のクロール法で製造した種々の成分の汎用スポンジチタンを用いた。スポンジチタンは圧縮成形してブリケットとした後、適切な大きさに切断して、梱包体内に充填した。

小型梱包体は加熱後、熱間圧延（以下、熱延）を行い、表面のスケールを除去後、さらに冷間圧延（以下、冷延）して厚さ 1mm の冷延板とした。これらの試作工程を **図 3-2.3.2-a1** に示す。

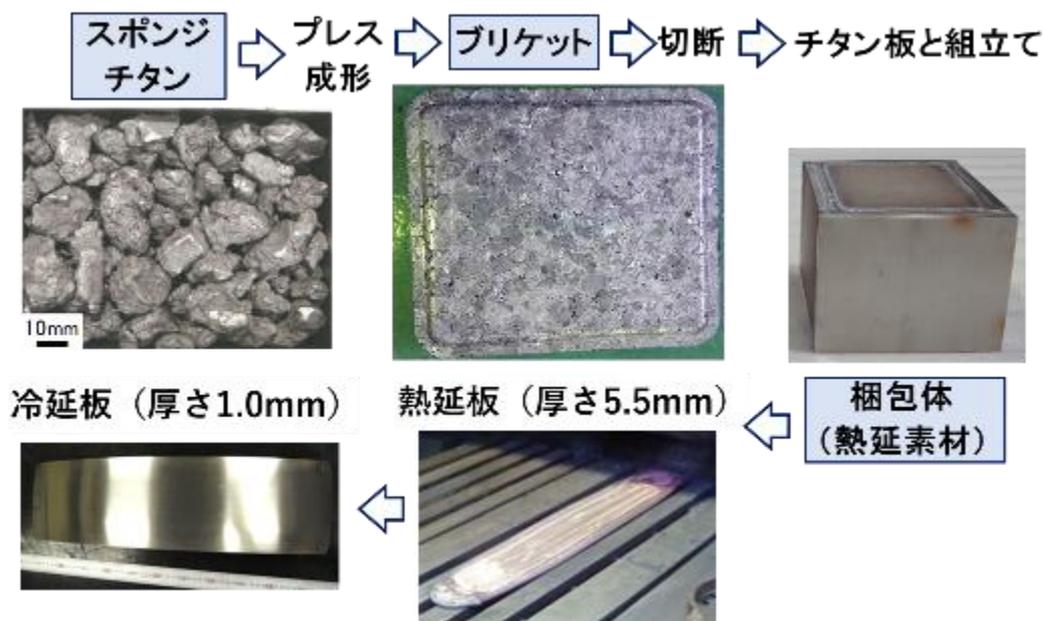


図 3-2.3.2-a1 チタン冷延板の試作工程および試作材の外観

小型梱包体の構造や製作方法等を適正化することにより、小型梱包体を加熱している時や圧延中に割れ、膨れなどの欠陥が生じることなく、健全な熱延板および冷延板が得られた。得られた冷延板（開発材）は、通常のスポンジチタン冷延板と同様に焼鈍した後、断面の研磨状態やマイクロ組織の観察および引張試験を行った。比較として、溶解のある通常のスポンジチタン冷延板と同様に試作した冷延板（現行材）も合わせて調査した。

熱延板断面のマイクロ組織観察から、現行材と同様の等軸 α 組織であり、梱包材とブリケットは圧延の進行とともに一体化して、梱包材とブリケット間のすき間やスポンジチタン粒間の空隙はほぼ圧着していることがわかった。ただ、開発材断面を研磨状態で詳細に観察すると、小さな穴となった気孔が見つかった。この気孔は、チタン梱包体の製造条件や圧延条件を適正にすることにより、少なくすることができ、気孔率は目標の0.2%を下回ることができた。

気孔率0.2%未満の冷延焼鈍板（開発材）を引張試験した結果を図3-2.3.2-a2に示す。汎用スポンジチタンを用いた小型梱包体から試作した開発材は、現行材であるJIS1種チタン薄板よりも酸素濃度がわずかに高いため、現行材より強度がわずかに高く、延性がわずかに低いものの、強度-延性バランスは同等である。ただし、所定量以上の塩化マグネシウムを含む汎用スポンジチタンを用いた小型梱包体から試作した開発材の延性は、全伸びで30%未満と低い。一方、塩化マグネシウムを含めて不純物の少ない高品質スポンジチタンを用いた小型梱包体から試作した開発材は、酸素濃度がやや低いため、強度がやや低く、延性がやや高いものの、強度-延性バランスは現行材と同程度であり、低延性の試験片は見られない。

以上のように、塩化マグネシウムが所定量以下の高品質スポンジチタンを用いることにより、現行材（溶解工程のある通常のスポンジチタン冷延焼鈍板）と同程度の引張特性が得られることがわかった。これにより、本研究開発の基本的な考え方が妥当であることを確認できた。

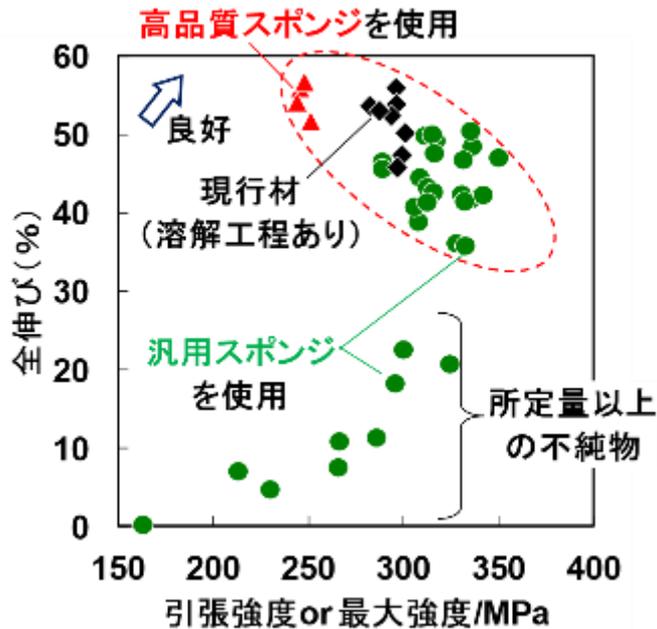


図 3-2.3.2-a2 冷延焼鈍板の引張特性比較

A-2 チタン梱包体の大型化と課題

工業化時の生産性を考慮すると、チタン梱包体は、現行のスラブ（熱延素材）と同程度の大きさになると考えられる。実験室規模で取り扱い可能な範囲で梱包体を順次大型化して、大型のチタン梱包体（以下、大型梱包体）を製造する際の課題を抽出した。また、試作した大型梱包体を熱間圧延（以下、熱延）して、割れ等の欠陥の有無を調査するとともに、熱延時の課題を把握した。

熱延の素材となるチタン梱包体は、梱包材（チタン板）で構成されたチタン箱の中に、スポンジチタンを圧縮成形したブリケットを充填して、梱包材（チタン板）で蓋をして組み立てた。

ブリケットは、開発当初は梱包体の大きさに合わせて、直方体形状に切断していたが、梱包体の大型化にともない、専用の金型を製作して、実用サイズの厚さ 200mm 以上の直方体形状のブリケットを試作した。圧縮成形条件を適正化することにより、角欠けのない形状の良好なブリケットが得られた（図 3-2.3.2-a3）。

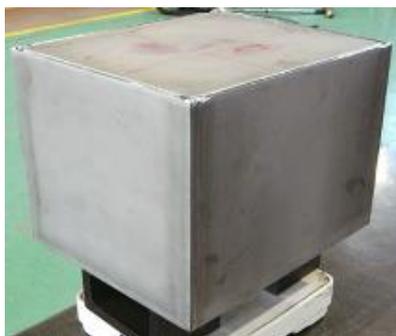


図 3-2.3.2-a3 直方体ブリケットの外観

チタン梱包体の大きさは、試験時の取り扱いやすさを考慮しつつ、その厚さを小型サイズの 75mm から中型サイズの 120~180mm、大型サイズの 220mm 以上（図 3-2.3.2-a4）と順次大きくして製作した。厚さ 250mm の梱包体には直方体ブリケット 1 個を、厚さ 279mm の梱包体には 2 個を充填した。試作後の梱包体の重量は各々約 76kg、約 156kg である。



(a)厚さ 220mm



(b)厚さ 250mm



(c)厚さ 279mm

図 3-2.3.2-a4 試作した大型チタン梱包体の外観

このような実用サイズの厚さの大型梱包体を製作する際、小型~中型梱包体製作時の知見を活かすことにより、大きな課題は特に見あたらなかった。

試作した中型~大型梱包体は、所定の温度に加熱後、熱延を行い、厚さ 6mm 程度の熱延板や厚さ 15~40mm の厚板とした。チタン梱包体の大型化にともない、熱延中に大きな割れが発生した。この課題に対して、チタン梱包体の構造や施工方法の改善に取り組み、180~279mm 厚のチタン梱包体でも熱延中に割れが発生しない条件を見出した。これにより、中型梱包体 (180mm 厚) から厚さ 6mm で良好な形状の熱延板を、大型梱包体 (220~250mm 厚) から厚さ 15~40mm で良好な形状の厚板を各々得ることができた (図 3-2.3.2-a5)。



(a)厚さ 6mm の熱延板



(b)厚さ 15mm の厚板



(c)厚さ 40mm の厚板

図 3-2.3.2-a5 チタン梱包体から製作した熱延板および厚板の外観

直方体ブリケットを複数個充填した大型梱包体は、当初、熱間圧延中に大きな横割れが発生した。この課題に対して、ブリケットの充填方法や梱包体の組立て方法を改善した。これにより、複数のブリケットを充填した大型梱包体でも熱間圧延時に横割れが発生しない条件を把握できた。

以上のように、実用サイズの厚さ（ $\geq 200\text{mm}$ ）となる大型梱包体は、適正な製作条件を適用することにより、大きな問題なく製作することができた。また、梱包体の大型化や複数のブリケット充填により、熱間圧延時に各種の割れが発生したものの、梱包体の構造、施工方法やブリケットの充填方法等を改善することにより、いずれの割れも抑制することができた。

A-3 チタン薄板コイルの試作と評価

大型梱包体を熱間圧延（以下、熱延）して得られた熱延板を冷間圧延（以下、冷延）して、実験室規模で取り扱い可能な範囲の大きさのチタン薄板コイルを試作し、この時の課題を抽出した。また、得られたチタン薄板の表面状況の観察、気孔率の測定や引張試験を行った。

大型梱包体を熱延して得られた厚板は、その一部をさらに熱延して、厚さ 6mm 程度の熱延板とした。熱延板は、実験室規模の冷延機の仕様範囲内の大きさに切断した後、表面のスケールを除去して冷延した。冷延の状況を図 3-2.3.2-a6 に示す。この時、圧延を阻害するような大きな割れや欠陥は発生せず、チタン薄板を製造する課題は特に認められなかった。このようにして、形状の良好な厚さ 0.5mm、幅 250mm 程度のチタン薄板（開発材）のコイルが得られた（図 3-2.3.2-a7）。



図 3-2.3.2-a6 冷間圧延の状況



図 3-2.3.2-a7 得られたチタン薄板（開発材）コイルの外観

得られたチタン薄板（開発材）の表面を詳細に観察すると、現行材に見られない表面疵が発生しており、この疵部分から試験片を採取して引張試験を行うと、伸びが異常に低い低延性であった。この表面疵の発生原因を調査した結果、原料のスポンジチタン粒の一部に不純物の多いスポンジチタン粒が存在していたためであることがわかった。このため、原料のスポンジチタンの改良を「高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発」（茅ヶ崎分室）（下記 3. で後述）で進めた結果、現行材に見られない開発材特有の表面疵は抑制することができた。

本開発で健全なチタン薄板を製作するためには、不純物の多いスポンジチタン粒を含まない高品質のスポンジチタンが必要であることが明らかになった。

小型梱包体の試験で得られた適正なチタン梱包体の製造条件や圧延条件を適用して、大型梱包体から厚さ 20mm の厚板、厚さ 6mm の熱延板や厚さ 0.5mm、幅 255mm のチタン薄板を順次試作した。これらの板の断面を研磨状態で気孔を調査したところ、いずれも気孔率は 0.2% 未満であり、目標を達成していることを確認した。

原料のスポンジチタンを高品質化しながら、徐々に大型化した各種の大型梱包体から得られた厚さ 0.5mm のチタン薄板（開発材）コイルから引張試験片を採取して、引張特性を調査した。結果を図 3-2.3.2-a8 に示す。比較として、JIS 1 種のチタン鑄塊（溶解・凝固したチタン材）から同じ試験工程で製作した現行材を □ で示す。大型梱包体に充填した高品質スポンジチタンは、一部を除き、酸素や Fe 濃度が現行材よりも低いために、開発材の強度がやや低く、伸びがやや高いものの、開発材の強度－延性バランスは現行材と同等である。また、汎用のスポンジチタンを用いた小型梱包体から試作した冷延焼鈍板でみられた伸びが極端に低い試験片は見られない。

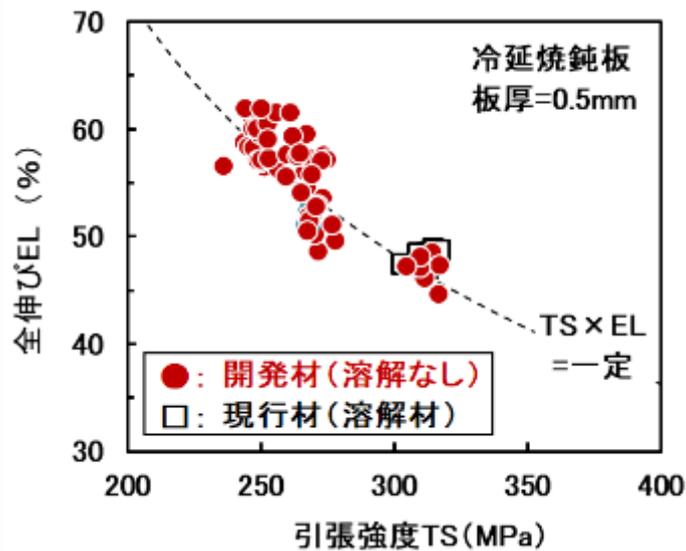


図 3-2.3.2-a8 チタン薄板コイルの引張特性

以上のように、大型梱包体を熱間圧延した熱延板から、大きな問題はなく、厚さ 0.5mm、幅 250mm 程度で、断面の気孔率が 0.2% 未満のチタン薄板コイルを製作することができた。また、原料のスポンジチタンを高品質化することにより、本開発材特有の表面疵の発生を抑制することができ、現行材と同等の強度－延性バランスを有するチタン薄板が得られた。

A-4 低コストチタン薄板の製造工程

スポンジチタンを原料としたチタン薄板の低コスト製造技術確立のために、適正な製造プロセスの検討を行った。また、現行のチタン薄板のプロセスと比較しながら、低コスト製造プロセスにおけるチタン薄板製造のリードタイムを求めた。

現行のチタン薄板の製造プロセスは次のとおりである。

原料のスポンジチタンは、圧縮成形してブロックとして、これらを溶接して円柱状の1本の一次電極とする。一次電極は、真空アーク溶解炉で1回目の溶解を行い、一次鋳塊を得る。一次鋳塊は手入れをした後、二次電極として、2回目の溶解を行う（ここまで溶解工程）。2回溶解を行うのは、成分の均一性を確保するためである。得られた二次鋳塊は、円柱形状であるため、熱間鍛造を行い、直方体形状のスラブとする（鍛造工程）。スラブは、熱間圧延で厚さ3～6mmとして、表面の酸化スケールを酸洗で除去した後、冷間圧延、焼鈍を施して、厚さ0.3～2mm程度のチタン薄板が得られる（圧延工程）。

このように複雑である現行のチタン薄板製造工程に対して、低コストのチタン薄板製造プロセスは次のとおりである。

現行工程のうち、溶解工程と鍛造工程を省略して、代わりに梱包体製造工程により、スラブとなるチタン梱包体を製造する。最初に、原料となるスポンジチタンを圧縮成形してブリケットを製作する工程と、梱包材であるチタン板から直方体形状の箱を溶接組み立てする工程を並行して進める。製作した箱にブリケットを充填した後、蓋（チタン板）をして、電子ビーム溶接により、梱包体内部を真空にしたまま密閉する。このようにして製作したチタン梱包体は、直方体形状であるため、そのまま現行工程と同様の圧延工程に進むことができる。

なお、梱包材として使用するチタン板は、本プロセスで製造された熱間圧延後のチタン板を酸洗して使用することができる。このため、実質の原料はスポンジチタンだけである。

客先から注文を受けたチタン薄板を速やかに届けることは、チタン薄板の低コスト化と同様に重要である。そこで、上記で提案した低コストチタン薄板製造プロセスにおけるリードタイムを求めて、現行のチタン薄板の製造プロセスとの比較評価を行った。なお、チタン薄板のリードタイムは、チタン展伸材メーカーにおいて、原料のスポンジチタンが入荷してからチタン薄板の製造が完了するまでの時間とした。

各工程で要する時間を個々に検討して、それらの時間を合わせて、チタン薄板の製造プロセスのリードタイムを求めた。現行のチタン薄板の製造リードタイムを100とすると、低コストプロセスは79となり、約21%の低減が見込まれた。

以上より、チタン薄板の低コスト製造プロセスとして、スポンジチタンを圧縮成形したブリケットを充填したチタン梱包体を直接圧延してチタン薄板とするプロセスを提案した。この製造プロセスにおけるチタン薄板のリードタイムは、現行の製造プロセスに比べて、目標の15%以上低減できると考えられる。

A-5 高機能チタン薄板の開発

上記(A-1)～(A-3)の試験から、高品質なスポンジチタンを用いたチタン梱包体を圧延したチタン薄板は、現行材（溶解工程を経て製造した薄板）と同等の引張特性で、高延性であることがわかった。

さらに、チタン薄板の高機能化を達成する手法として、チタン梱包体内にスポンジチタンとともに、異なる成分のチタン材を充填した梱包体を圧延した高機能なチタン薄板が考えられる。チタン梱包体はその内部を真空にするため、熱間圧延でスポンジチタンと異なるチタンを圧着させることは比較的容易であると推測される。

最初に、小型サイズの梱包体（厚さ 75mm、重量 3～4kg）を用いた基礎試験により、高機能なチタン薄板が得られる可能性を検討した。続いて、中型サイズの梱包体（厚さ 120mm、重量 10kg 程度）を製作して、その課題を抽出した。中型梱包体は熱間圧延、冷間圧延を行い、得られた高機能チタン薄板の引張特性を評価した。

異なる成分のチタン材をスポンジチタンとともに添加したチタン梱包体は、上記(A-1)で述べた小型梱包体の構造や製作方法等を適正化することにより、問題なく製作することができた。

この梱包体は、所定温度まで加熱して、厚さ 4～5mm まで熱間圧延した後、表面のスケールを除去して、厚さ 0.6～1.5mm まで冷間圧延した。これらの工程では大きな問題なく、チタン薄板（高機能開発材）を製作できることを確認した。

得られたチタン薄板（高機能開発材）は、焼鈍後に引張特性を調査した。その結果を図 3-2.3.2-a9 に示す。

スポンジチタンのみを充填したチタン梱包体から製作したチタン薄板（通常の開発材）と比べて、高機能開発材は、伸びが低下するものの、強度を高くすることができた。

また、溶解のある通常工程で製造した現行材と比べて、高機能開発材は、同じ延性（破断伸び）において引張強度を高くすることができ、「強度×伸び」を指標とする強度－延性バランスを 30%以上向上させることができた。

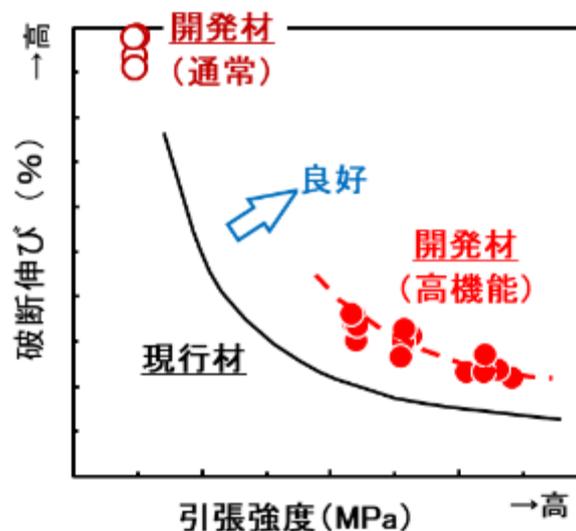


図 3-2.3.2-a9 高機能チタン薄板（開発材（高機能））の引張特性

A-6 まとめ

現行プロセスから溶解工程の省略を図る「高効率チタン薄板製造技術開発」は、現行のクロール法で製造した種々の品質のスポンジチタンを出発原料として、実験室規模の試験を行ってチタン薄板を試作してその評価を行った。また、工業化の際の課題を抽出してその対策を検討するために、チタン梱包体を実験室規模でより大型化して試験を行い、大型化したチタン梱包体からチタン薄板コイルを製作した。さらに、強度－延性バランスの向上を目指した高機能チタン薄板の製作評価を行った。

- ・塩化マグネシウムが所定量以下の高品質スポンジチタンを用いることにより、現行材（溶解工程のある通常の製造工程で試作した冷延焼鈍板）と同等の引張特性が得られることがわかった。これにより、本研究開発の基本的な考え方が妥当であることを確認できた。

- ・実用サイズの厚さ（ $\geq 200\text{mm}$ ）となる大型梱包体は、適正な製作条件を適用することにより、大きな問題なく製作することができた。また、梱包体の大型化や複数のブリケット充填により、熱間圧延時に各種の割れが発生したものの、梱包体の構造、施工方法やブリケットの充填方法等を改善することにより、いずれの割れも抑制することができた。

- ・大型梱包体を熱間圧延した熱延板から、厚さ 0.5mm、幅 250mm 程度で、断面の気孔率が 0.2%未満のチタン薄板コイルを製造することができた。また、原料のスポンジチタンを高品質化することにより、本開発材特有の表面疵の発生を抑制することができ、現行材と同等の強度－延性バランスを有するチタン薄板が得られた。

- ・チタン薄板の低コスト製造プロセスとして、スポンジチタンを圧縮成形したブリケットを充填したチタン梱包体を直接圧延してチタン薄板とするプロセスを提案した。この製造プロセスにおけるチタン薄板のリードタイムは、現行の製造プロセスに比べて 15%以上低減できると考えられる。

- ・スポンジチタンとともに異なる成分のチタン材を添加したチタン梱包体を圧延して得られたチタン薄板（高機能開発材）は、溶解のある通常工程で製造した現行材に比べ、同じ延性で強度を高くすることができ、強度－延性バランスを 30%以上向上させることができた。

B.チタン新製錬技術開発

「チタン新製錬技術開発」では、工業展開可能な低コスト新製錬技術の開発のため、製錬法ないし新製錬法の実用化を促進する可能性のある4つの基盤シーズ探索（①～④）を、共同研究先として各々4機関と実施した。また、基盤シーズ探索の成果をもとに、絞り込んだ技術シーズの工業化に必要な要素技術の検討（⑤）を行った。

[基盤シーズ探索]

①高温熔融塩を用いた液体 Ti 電解製造技術の研究開発（関西大学）

TiO₂ 鉱石を含む高温融体を用いた液体状のチタン金属の直接電解製造プロセスの開発を目標として、必要な電解条件を明らかにする。

②酸化物還元原料 CaTiO₃ から Ti を製造する技術の研究開発（北海道大学）

チタン鉱石から CaTiO₃ を介して、2000ppm 以下の Fe、1000ppm 以下の酸素量のチタンを製造する技術を検討する。

③2価チタンイオンを含む塩からのチタンの電析技術の研究開発（京都大学）

Ti²⁺を含む塩からのチタン電析によりパルス電解等の方法で金属チタンが得られるというシーズを検証し、電極からの鉄汚染が回避可能な電極を用い、Fe 含有量 2000ppm 以下のチタンを平滑に電析できるかどうか検討する。

④チタン製造技術へのマイクロ波活用技術の研究開発（中部大学）

マイクロ波加熱技術を活用し、チタン製造プロセス効率化を目標とし、化学反応制御におけるマイクロ波の有する二つの特徴（迅速加熱と選択加熱）を活かした (1) チタン酸化物からの脱酸プロセスの可能性探索、(2) 天然イルメナイト鉱からのルチル製造プロセスへの適用可能性探索、(3) 金属チタン表面からの塩化マグネシウム除去の可能性探索を実施する。

[絞り込んだ技術シーズの工業化の要素技術の検討]

⑤チタンの電析技術の研究開発（茅ヶ崎分室）

2価チタンイオンを含む塩からのチタンの電析技術の工業化検討のため、「A4 寸法、O ≤ 1000ppm、Fe ≤ 2000ppm のチタン箔の試作」、「実用化に向けた課題抽出・対策立案」、「自動車部品製造に向けた課題検討」および「現行薄板製造法より 20%コスト削減できる製造技術の把握」を行う。

B-1 高温熔融塩を用いた液体 Ti 電解製造技術の研究開発（関西大学）

(1) 目的

Ti 材料の飛躍的な利用の拡大のためには、安価な Ti 金属一次地金の製造が必要であり、Kroll 法に変わる革新的な Ti 金属新製錬プロセスの開発が望まれている。本研究では、Ti 化合物を含む高温熔融塩中での電解による液体 Ti 金属の直接製造プロセスの開発を目指して検討を行った。

(2) フッ化物-酸化物混合熔融塩中での Ti 電解

図 3-2.3.2-b1 に、1500°C の $\text{CaF}_2\text{-CaO-TiO}_2$ 浴を用い、いろいろな電位で定電位電解を行って得られた電析物の XRD 分析結果を示す。なお、 CaF_2 や $\text{Ca}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ は付着した電解浴成分と考えられる。金属 Ti は -1.8V (Mo 溶出電位基準) でのみ検出され、1300°C での実験とも整合した。また、すべての電析物から TiN が検出された。本研究では、フッ化物熔融塩と Ti 金属に耐える非導電性材料として BN を選び、ルツボおよび電極カバーに用いた。しかし、BN は熱力学的には高温の Ti 金属とは反応して TiN を生成することが示されており、本研究では 1500°C 以上の温度でこの TiN 形成反応が熱力学的、速度論的に有意に進んだものと考えられる。

図 3-2.3.2-b2 に、1720°C で定電位電解を行った際、電析電極の下の BN ルツボ上の堆積した黒色粉末の SEM 像と EDX 分析結果を示す。Ti 金属粉末とそれに N が浸透したような Ti-N 粉末が観察され、この結果は同粉末を XRD 分析した結果からも裏付けられた。すなわち、Ti 金属は電析するものの、大部分は BN シースおよび BN ルツボと反応して TiN になったものと考えられる。

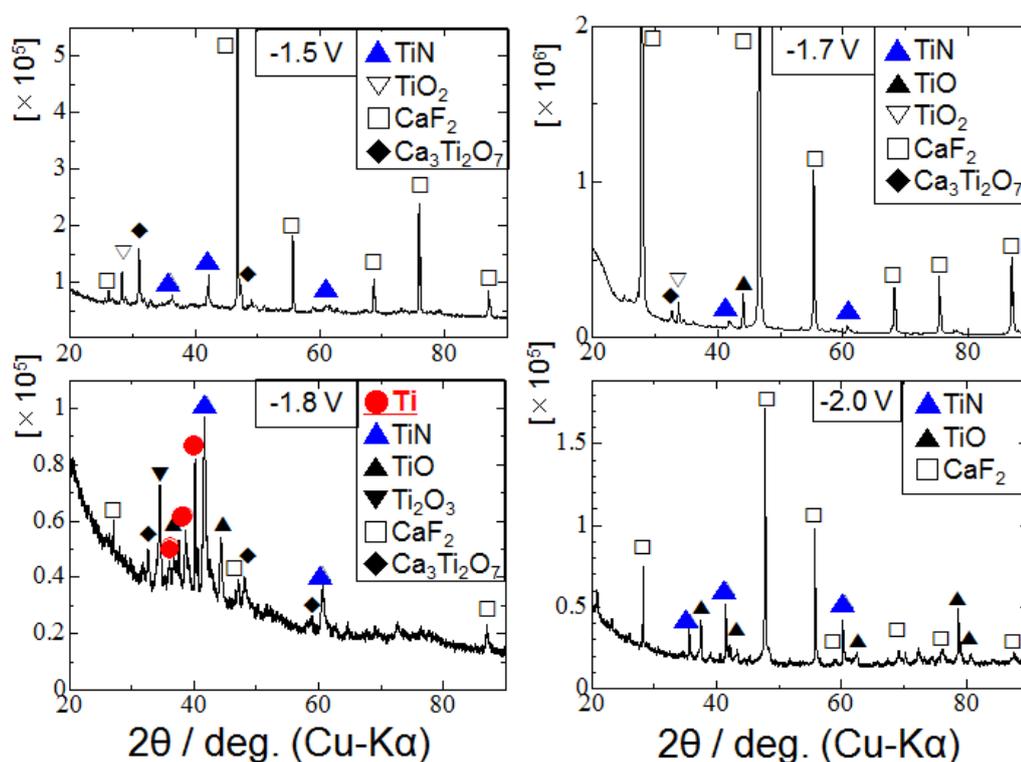


図 3-2.3.2-b1 1500°C の $\text{CaF}_2\text{-CaO-TiO}_2$ 浴中で得られた電析物の XRD 分析結果

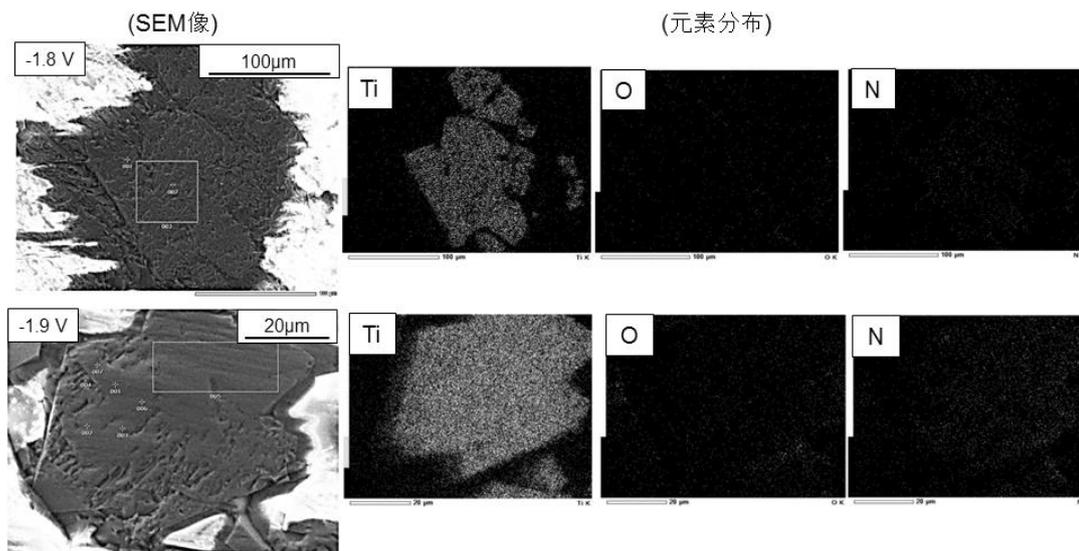


図 3-2.3.2-b2 1720°Cの $\text{CaF}_2\text{-CaO-TiO}_2$ 浴中で得られた電析物の SEM 像と元素分布

表 3-2.3.2-b1 に、1300°Cの ($\text{CaF}_2\text{-MgF}_2$)eut- CaO-TiO_2 浴、1500°C、1720°Cの $\text{CaF}_2\text{-CaO-TiO}_2$ 浴で Ti 金属が得られる電位をまとめて示す。いずれの浴でも Ti 金属が得られたが、電位条件は限定されていた。また、1500°C以上では TiN が形成され、液体の Ti 金属を得るには至らなかった。液体 Ti 金属を得るためには、BN 以外のルツボ材等を用いて、さらに電解条件を精査する必要があると考えられる。

表 3-2.3.2-b1 CaO-TiO_2 を含むフッ化物熔融塩中で Ti 金属が得られる条件

	金属チタンの有無(○、△、×)						
	電解電位, E / V (Mo dissolution)						
電解温度, T / K	-1.4	-1.5	-1.6	-1.7	-1.8	-1.9	-2.0
1573	×	×	×	○	○	△	△
1773	×	×	×	×	○	×	×
1993	△	△	△	△	△	○	○

(3) 高温熔融塩化物中での Ti 金属電析

熔融 CaCl_2 浴への Ti 酸化物の溶解性が錯化合物で向上することを確認した後、定電位電解を行った。図 3-2.3.2-b3 に、熔融 CaCl_2 に $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ を溶解させた浴で得られた電析物の XRD 分析結果を示す。 $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 添加浴では、Ti 金属を検出した電析物でも Ca 金属は検出されず、Ti 金属の電析が可能であることが明らかになった。電析可能な電位は-1.9~-2.0V (Mo 金属溶出電位基準) であり、前述のフッ化物浴の結果とも整合した。

$\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 添加浴でのみ Ti 電析が可能である結果は、本プロジェクト研究および先行研究で行った熔融 CaF_2 、あるいは熔融 $\text{CaF}_2\text{-MgF}_2$ を用いた研究結果とも整合し、熔融 CaCl_2 浴中でも Ti-O 錯イオンが形成され、Ti 金属電析に強く影響することを示唆した。さらに、図 3-2.3.2-b3 に示されるように、電析物中の Ti 金属や Ti 低級酸化物の状態にも $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 濃度が影響することがわかった。図 3-2.3.2-b4 に、 $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 添加浴で得られたサイクリックボルタモグラムの-0.95V (Mo 金属溶出電位基準) における陰極電流と $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 添加量の関係を示す。1100°Cでは約 3mol% でほぼ電流が変わらず、こ

の値が $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 溶解度であると考えられる。一方、 1200°C では $5\sim 7\text{mol}\%$ まで、 1300°C では $7\text{mol}\%$ 以上が溶解可能であるものと考えられる。ただし、 1200°C 、 1300°C では $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 添加量を $10\text{mol}\%$ とした場合に電流はかえって減少した。この結果は、**図 3-2.3.2-b3** に示した Ti 金属の電析状態が $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 濃度にも影響される結果と関連している可能性が大きく、熔融 CaCl_2 中の Ti 還元反応を考える上で興味深い結果であると考えられる。

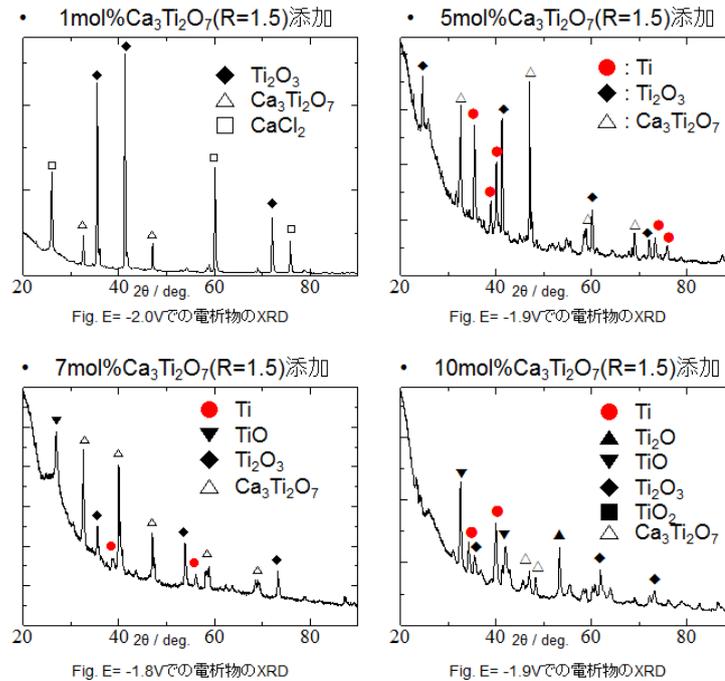


図 3-2.3.2-b3 1300°C の $\text{CaCl}_2\text{-Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 浴中で得られた電析物の XRD 分析結果

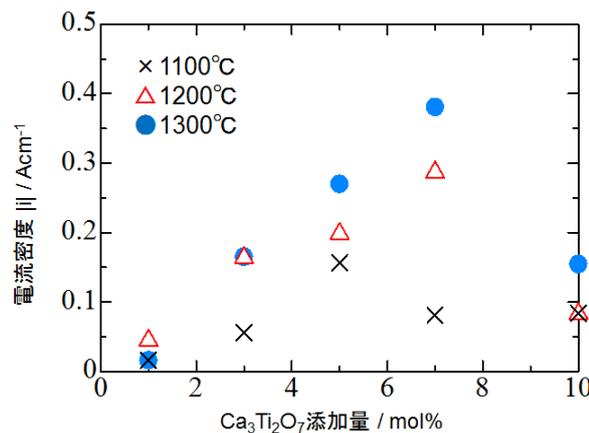


図 3-2.3.2-b4 $\text{CaCl}_2\text{-Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 浴で得られたサイクリックボルタモグラムの -0.95V における陰極電流と $\text{Ca}_3\text{Ti}_2\text{O}_7$ 添加量の関係

(4) まとめ

Ti 化合物を含む高温熔融塩中での電解による液体 Ti 金属の直接製造プロセスの検討を行った。 $\text{CaF}_2\text{-CaO-TiO}_2$ 浴を用い、 1500°C および Ti 融点(1668°C)以上の 1720°C で電解を行い、電解電位と電析物組成の関係を調べるとともに、Ti 金属の電解を試みた。

その結果、限定された電位条件において Ti 金属は得られたが、坩堝との反応により TiN が形成され、液体の Ti 金属を得るには至らなかった。液体 Ti 金属を得るためには、BN 以外の坩堝等を用いて、さらに電解条件を精査する必要がある。

B-2 酸化物還元原料 CaTiO₃ から Ti を製造する技術の研究開発 (北海道大学)

(2-1) TiO₂ 還元のマカニズムの解明

OS 法を工業的に応用するにあたり、経時変化における反応メカニズムを解明しておくことが肝要である。高温かつ還元性の熔融塩での実際の反応を特定するために、炉上部から熔融塩電解中の様子をその場観察するとともに、電解各段階におけるサイクリックボルタンメトリー (CV) を測定することで、生じているガス発生反応の調査、ひいては TiO₂ 還元のマカニズムを解明した。得られた結果は次の 2 点に集約される。

a) カソード側の CV による分極曲線からは、CaCl₂ 中に熔融している CaO からの Ca 電解析出とその溶出反応が検出できた。電解初期では Ca の析出量は少なく溶出量も少ないが、電解中期では、析出 Ca 量と溶出 Ca 量は共に増大した。これは、TiO₂ 還元による CaO 溶解量の増加に対応している。

b) アノード側の CV からは 3 つのガス発生ピークが検出され、還元時間の進行に伴ってガス発生量が減少、すなわち浴中の O²⁻濃度の低下を示した。CO₃²⁻に係わるガス発生ピークの挙動 (図 3-2.3.2 -b5(a)中の C のピーク) から、CO₃²⁻を消費する反応を促進させると副反応である C の生成が抑制できる可能性を見出した。

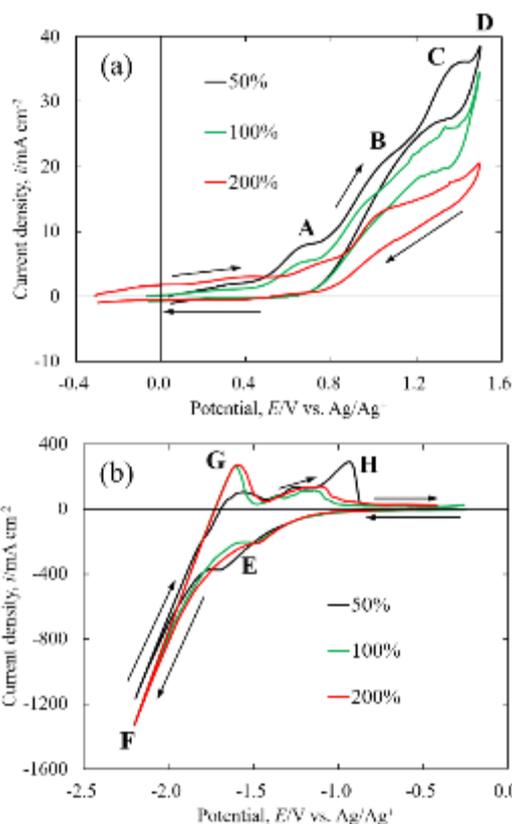


図 3-2.3.2-b5 各段階における CV 測定 (a)アノード側,(b)カソード側

(2-2) Ti-Al-O 系での電解共還元実験

チタニアとアルミナの混合物を出発原料に OS 法を適用したところ、金属間化合物 TiAl を得た。酸素濃度は 0.63 mass% まで低減した。原子比で Ti と Al を 1:1 に十分に混合しても出発原料の粒径や形状によらず Ti₃Al が混入することがわかった。Ca が生成する Al と優先的に化合することがその理由であるので、やや過剰にアルミナを加えたところ、Ca-Al 合金生成に消費される Al 分を補充でき、化学量論組成の TiAl を得た。この技術は希薄 Al 含有チタン合金の脱酸処理に活用できる。

B-3 2価チタンイオンを含む塩からのチタンの電析技術の研究開発 (京都大学)

(1) 目的

本研究で提案する熔融塩を用いた電解プロセスの工業化には、電極サイズの大型化が必要である。過去に 2-3 cm² 程度の Mo 箔またはグラッシーカーボン (GC) 電極を用いて行った電解実験では良好な Ti 箔が得られており、本年度は現状の電解装置に搬入可能な範囲で電極のサイズを大きくし、その際の電析形態および剥離性への影響について調査した。

(2) 方法

電解浴には 500 °C の MgCl₂-NaCl-KCl (5 mol% TiCl₂) 熔融塩を使用し、電解浴の底部にはスポンジ Ti を配置した。アノードには直径 86.2 mm の Ti 管を使用し、GC 製の坩堝をカソードとして用いた。

(3) 結果

従来の小型電極 (電極面積: 2 cm²) と同様の電流密度プロファイルで Ti を析出させた場合、GC 坩堝の浸漬部全面をスポンジ状の Ti が覆っていた。そこで、スポンジ状の Ti の生成を抑制する目的で電流密度を #01 の 2 分の 1 に設定して同様の試験を行った。その結果、坩堝の角部にスポンジ Ti と側面に突起物が見られるものの、析出物の性状がより平滑になることが確認できた。このように、電極の大型化はスポンジ状の Ti の析出を引き起こす場合があることがわかったが、その場合にはパルス電解の電流密度を小さくすることで析出形態の改善が可能であることが確認された。なお、このようにして GC 上に得られた Ti は剥離することが可能であり、電極の大型化および電流密度の調整による Ti 箔の剥離性への影響は無視できると考えられる。

B-4 チタン製造技術へのマイクロ波活用技術の研究開発 (中部大学)

(1) 目的

マイクロ波照射チャンバー内のガス分析をリアルタイムで行い、照射条件と蒸発挙動の関係を明らかにする。残留不純物の処理温度依存性を明らかにし、最適な加熱温度を明らかにする (600-1000°C)。最適な加熱条件を把握することで、不純物除去率 50%以上を達成する。

(2) 方法

分光測定では不純物のスペクトルを観測し、不純物蒸発時期を算出する。ガス測定では、観測温度に対する不純物、不純物蒸気圧を測定した。加熱雰囲気は、高純度 Ar および高真空雰囲気を検討した。本プロセスにおける不純物の加熱挙動に関する数値計算を試み、エネルギーの観点から効率を検討した。

(3) 結果

この課題に対し、q-mass による測定で二色温度計での観測値の 600°C 近傍での蒸発

を確認した。また、発生した発光は不純物および Ti 由来であることを確認した。加熱温度と除去量の依存性を明らかにし、1000℃においてほぼ完全な除去を確認した。熱力学計算を実行し、蒸発量計算値と実測値を比較した。効率の検討においては、効率を向上させるための適切な加熱周波数を明らかにした。なお、本探索項目で開発された処理法は、工学応用が期待できるので、30g スケールへ拡大した。

B-5 チタンの電析技術の研究開発（茅ヶ崎分室（東邦チタニウム））

(5-1) チタン箔に影響する因子の調査（電析条件の適正化）

種々の電析条件で電析チタン箔を作製し比較評価を行い、チタン箔の性状に影響する因子を調査し、健全なチタン箔を作製する適正な電析条件の検討を行った。電流密度および電解浴温度は、チタン箔の性状に影響することがわかった。得られた知見を反映したチタン電析を行い、デンドライトは微少で、貫通孔はなく、高剥離性を有し、高純度化した「はがき」サイズで 100 μm 厚チタン箔を製作でき、健全なチタン箔を製作するための適正な電析条件が選定できた。

(5-2) 実用化の課題抽出及び対策検討

上記調査などで得られた知見等を活かして、実用化サイズである A4 サイズのチタン箔を作製した。浴温度の適正化（520→500℃）およびパルス電流の停止時間の延長により、易剥離性を有し、O 濃度 180ppm、Fe 濃度 0.9ppm の高純度で平滑な A4 寸法の電析チタン箔を製造した。浴温度の低減により、剥離性が向上し、パルス電流の停止時間の延長により、剥離性および平滑性が向上することがわかった。

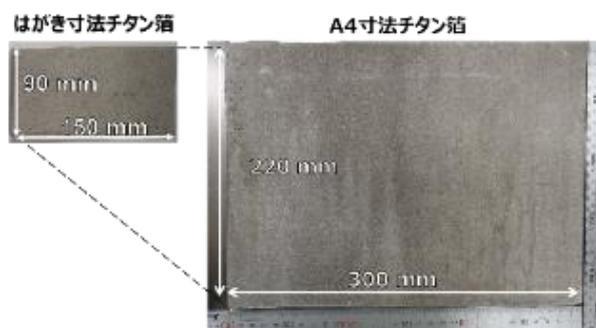


図 3-2.3.2-b6 浴温度 500℃、パルス電流の停止時間 7.5 秒で製造したチタン箔の浴面側の外観

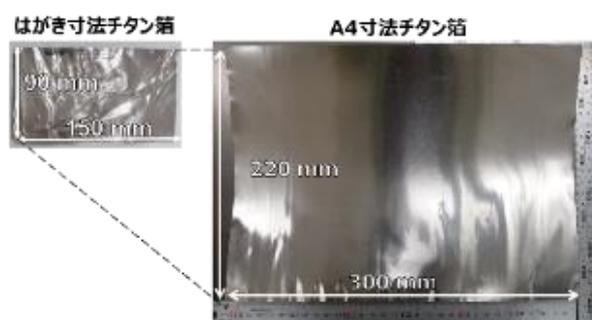


図 3-2.3.2-b7 浴温度 500℃、パルス電流の停止時間 7.5 秒で製造したチタン箔の電極面側の外観

(5-3) 自動車部品製造に向けた課題検討

得られたチタン箔は、陰極から容易に剥離することができなければ、量産プロセスを構築することは困難である。すなわち、この方法の工業化に向けての最大の技術ポイントは、電析チタンの陰極からの剥離である。これまで感覚的な人の手による評価に頼っていた電析チタン箔の Mo 陰極からの剥離性を、剥離強度測定機を用いて評価した。その結果、本装置で剥離性の定量的な評価を行うことができ、剥離可能な試料においても、その難易を把握することが可能であることがわかった。

(5-4) 定電流電析によるチタン箔の作製

パルス電析にて A4 寸法の易剥離性チタン箔の作製できているが、電流密度は $0.11\text{A}/\text{cm}^2$ と低い上、パルス電析のため通電停止時間があり、生産性が低いという課題がある。電解浴中の Ti イオン濃度を増加させることで、陰極近傍の Ti イオン濃度を高く維持し、停止時間をなくした定電流電析によるチタン箔の作製を試みた。電解浴中の Ti イオン濃度を 10mol% に高めることで、電流密度 $0.2\text{A}/\text{cm}^2$ の定電流電析で剥離可能なチタン箔の電析が可能であった。これによりチタン箔の生産速度は、電流密度 $0.1\text{A}/\text{cm}^2$ のパルス電析（通電 1.5s / 通電停止 7.5s）のときの 12 倍となった。

(5-5) 製造コストの検討

電力原単位で比較し、電力原単位の比較から、現行薄板製造法より 20% コスト削減可能できる製造技術であることが示唆された。

C. 高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発

スポンジチタンの生産性および品質低下をまねく不純物汚染を低減する技術を開発する。不純物汚染低減は、「1.高効率チタン薄板製造技術開発」に必要な要素である。加えて、生産性向上と不純物汚染低減に伴う歩留り向上に寄与する技術を開発しスポンジチタンでのコストダウンも実現する。そのための目標を設定した。

開発されたスポンジチタンは、「1.高効率チタン薄板製造技術開発」で開発された技術と組み合わせることで、チタン材の革新的なコストを実現でき、チタン材の新市場開拓が期待できる。また、当該スポンジチタンは低コストかつ高品質であるため、単体でも、既存の一般スポンジチタン市場や、高品質スポンジチタン市場での国際競争力の向上を期待できる。

C-1 Fe 汚染防止技術の開発

スポンジチタン塊の Fe 汚染経路を調査し、「熔融マグネシウムは数百 ppm 以上の Fe 溶解度を持ち、構成容器から溶出した Fe がチタンの汚染源となること」、「チタンは Fe との親和性が高いため、熔融マグネシウム中の Fe を吸収する性質があること」が確認された。従って、スポンジチタンの Fe 汚染抑制のためには、「Fe で汚染された熔融マグネシウムの精製技術」、「反応容器からの Fe 溶出防止技術の開発」が重要であることが明らかとなった。

また、鋼製反応容器からの Fe 溶出に関しては、反応容器はスポンジチタンの還元分離工程に使用すると内壁表面にチタンとの合金層が形成され、反応容器から熔融マグネシウムへの Fe の溶出が抑制され、特に、チタン濃度が高く $TiFe_2$ や $TiFe$ などの金属間化合物となった合金層は、Fe の溶出防止効果が高いことが明らかになった。

これらの知見を基に、「Fe で汚染された熔融マグネシウムの精製技術」および「反応容器からの Fe 溶出防止技術」を開発し、スポンジチタンの Fe 濃度半減(200ppm 以下)と A 級歩留まり 5% 向上の効果を実機スケールにて実証した。

加えて、反応容器とスポンジチタンが直接接触することで発生する高 Fe 粒を自動で選別除去する技術を開発した(図 3-2.3.2-c1)。パイロット試験機を導入し、高 Fe 粒を含むスポンジチタン

ロットを対象に、実証試験を行った結果、Fe 濃度を大幅に低減することができ、自動選別後のスポンジチタンロットは A 級スポンジとして使用可能であることを確認した。これにより、A 級歩留まり 1% 向上の効果を実機スケールで実証した。

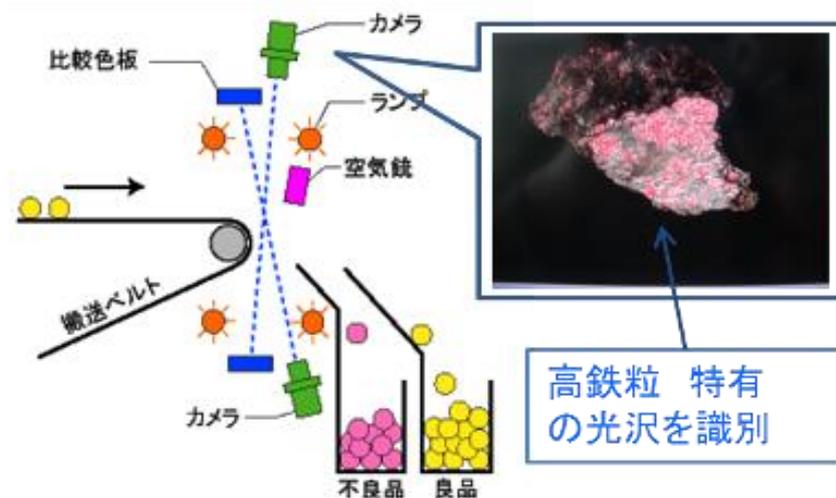


図 3-2.3.2-c1 自動選別装置の作動原理

C-2 O 汚染防止技術の開発

通常のスポンジチタンは約 270ppm の O を含有しているが、O 濃度低減のためには、その汚染経路と存在形態把握が肝要である。スポンジチタン中の O の汚染経路(存在形態)を、「固溶 O」「MgCl₂の吸湿水分」「表面 O」「分析時の汚染」の 4 種と仮定し、各種分析手法を組み合わせることで、それぞれの汚染経路が占める割合を定量化した。

また、各汚染経路への対策を施すことで、実機製造設備を用いて、O 濃度 150ppm 以下の低 O スポンジチタンを、トンオーダーで製造できた。

C-3 還元工程高速化技術開発

これまで不明点の多かった実機生産設備における TiCl₄ の Mg 還元反応機構を詳細に調査した。下記の式 1 から式 4 の表記において、(g)は気相、(s)は固相、(l)は液相の状態を示す。

還元反応の序盤は TiCl₄ (g)と Mg(g)が反応する気相反応(式 1)と、TiCl₄(g)が浴面の Mg(l)の浴面反応(式 2)の混合で反応が進行し、気相反応で生じた Ti 微粉(2μm 程度)が浴面に落下後、浴面反応の核となって数十 μm に成長して沈降し、スポンジチタン塊を形成すると考えられる。この際、気相反応で生じた Ti 微粉の一部は容器内壁面に付着し、針状の壁面スポンジを形成すると考えられる。数値シミュレーションの結果、気相反応と気液反応の割合は発熱量比で 28 : 72 と見積もられた。還元反応の中盤は基本的に序盤と同じ反応機構だが、容器内に成長したスポンジチタンによって容器外への抜熱が阻害されるため、浴面温度が上がりやすく Mg(g)の量が多いため、気相反応の割合が多いと推定された。一方、還元反応の終盤は、浴面の Mg が枯渇しているため、序盤および中盤とは反応機構が大きく異なり、TiCl₄は TiCl₂に部分還元されて MgCl₂(l)に溶解した後、MgCl₂浴深部で、Mg によって Ti に還元される二段反応(式 3)(式 4)が生じていると考えられる。



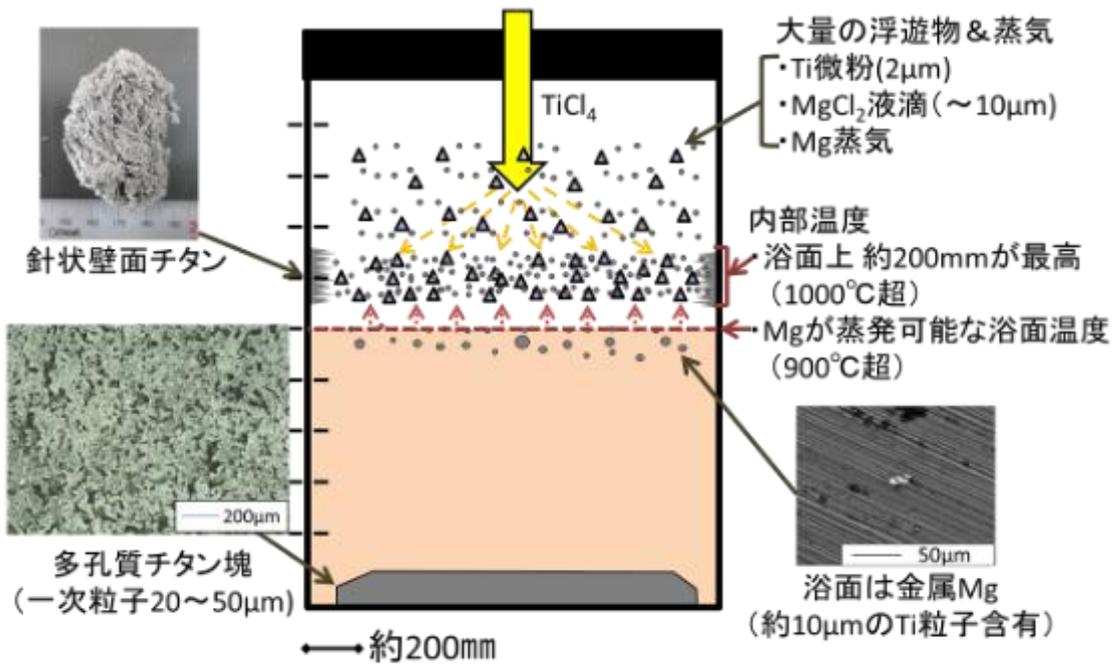


図 3-2.3.2-c2 還元反応序盤における反応機構 (1/2)

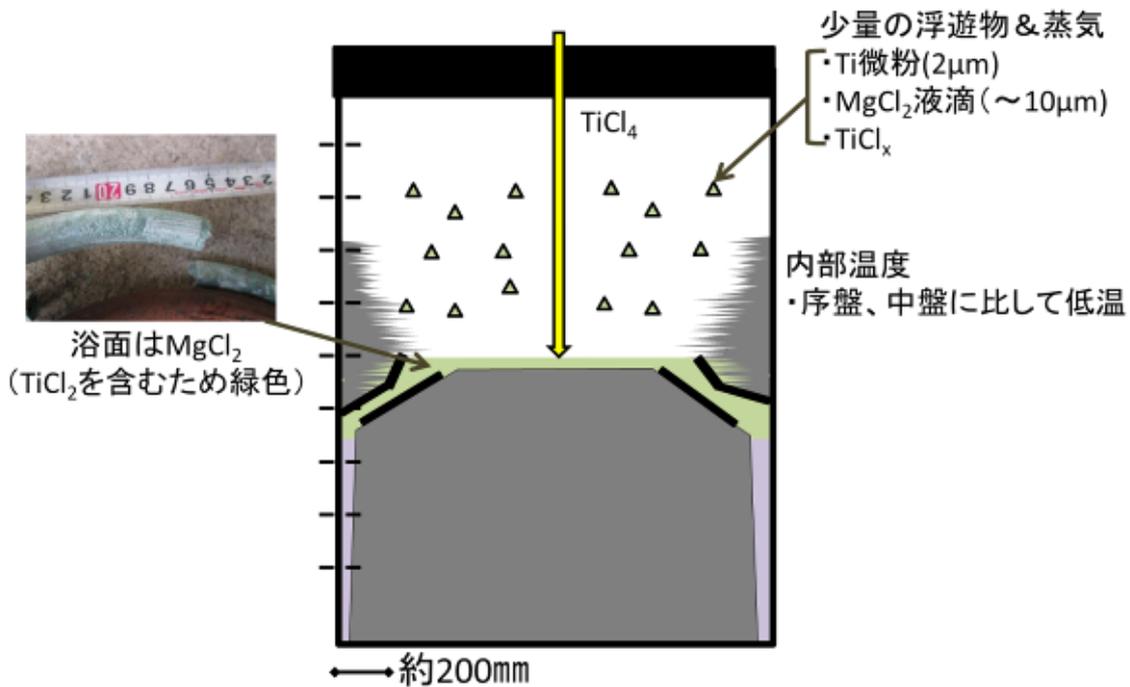


図 3-2.3.2-c2 還元反応終盤における反応機構 (2/2)

前記の反応機構に基づき各反応段階における律速因子を把握すると共に、還元反応の数値シミュレーションプログラムを開発した。これらを基に還元反応高速化のための実機スケールの試験装置を開発し 30%の反応高速化に成功した。

C-4 分離工程高速化および Cl 汚染防止技術の開発

真空分離工程におけるスポンジチタン塊の内部温度測定など、真空分離機構の詳細を調査し、伝熱だけでなくスポンジチタン塊の通気性も考慮した数値シミュレーションプログラムを開発した。これらの結果を基に、真空分離工程の高速化技術および MgCl_2 分離不足の防止技術を開発し、実機スケール試験や数値シミュレーションにて検証した結果、真空分離所要時間を 30%以上削減する効果と、A 級歩留まりを 2%向上する効果が確認された。

また、Cl 汚染低減のため、実態調査を行ったところ、所定の還元反応条件下では MgCl_2 が内包される形でスポンジチタンが生成され、内包された MgCl_2 は真空分離工程にて除去できないため、Cl 濃度が大きくなることがわかった。そこで、還元反応条件を適切に制御することで、Cl 濃度の低減でき、実機スケールにて Cl 濃度 200ppm 以下の低 Cl スポンジチタンを製造することに成功した。

C-5 直接圧延用高品質スポンジチタンの試作

前述の「高効率チタン薄板製造技術開発」は、チタンの溶解・鍛造工程を省略し、原料であるスポンジチタンを直接圧延して薄板を製造する方法の開発であり、スポンジチタンに含まれる MgCl_2 はそのまま薄板に移行するため、原料となるスポンジチタンの MgCl_2 濃度は低いことが望ましい。標準的なスポンジチタンでは、Cl 濃度 600~1000ppm 相当の MgCl_2 が含まれ低減が必要である。そこで、前述の Cl 汚染低減技術を活用して Cl 濃度を所定量以下に低減した低 Cl スポンジチタンを製造し、直接圧延用の原料スポンジチタンとして「高効率チタン薄板製造技術開発」に提供し、評価を受けた。

「高効率チタン薄板製造技術開発」では、低 Cl スポンジチタンを用いて試作した場合でも、薄板に表面疵が発生した。表面疵の調査結果を基に、低 Cl スポンジチタンのさらなる高品質化を進めた結果、表面疵の発生頻度を大幅に低減できた。

C-6 まとめ

本開発では、スポンジチタンの不純物汚染機構および反応機構を詳細に調査し、クロール法の主要な課題である、不純物汚染を大幅に低減する高品質化技術と、生産性を大幅に向上する高効率化技術を開発した。高品質化技術では、Fe、O、Cl を不純物汚染低減の対象元素とし、それぞれの元素について汚染機構を詳細に把握し、その結果に基づいて低減技術を開発することで、いずれの元素もトンオーダーの実機スケールの試験において目標である半減を達成できた。また、その結果、A 級歩留まり(スポンジチタン塊全体のうちチタン構造材用にとして使用可能なスポンジチタンの割合)を 8%向上できた。

・ スポンジチタン塊の Fe 汚染経路を把握すると共に、反応容器はスポンジチタンの還元分離工程に使用すると内壁表面にチタンとの合金層が形成され、反応容器から溶融マグネシウムへの Fe の溶出が抑制されることを明らかにした。これらの知見を基に、「Fe で汚染された溶融マグネシウムの精製技術」および「反応容器からの Fe 溶出

防止技術」を開発し、スポンジチタンの Fe 濃度半減(200ppm 以下)と A 級歩留まり 5%向上の効果を実機スケールにて実証した。

- ・反応容器とスポンジチタンが直接接触することで発生する高 Fe 粒を自動で選別除去する技術を開発し、A 級歩留まり 1%向上の効果を実機スケールで実証した。

- ・スポンジチタン中の O の汚染経路(存在形態)を、「固溶 O」「 MgCl_2 の吸湿水分」「表面 O」「分析時の汚染」に分けて定量化した。また、各汚染経路への対策を施すことで、実機製造設備を用いて、O 濃度 150ppm 以下の低 O スポンジチタンを、トンオーダーで製造できた。

- ・還元反応の序盤および中盤は TiCl_4 (g)と Mg (g)が反応する気気反応と、 TiCl_4 (g)が浴面の Mg (l)と反応する気液反応の混合で反応が進行し、気気反応で生じた Ti 微粉(2 μm 程度)が浴面に落下後、浴面での気液反応の核となって数十 μm に成長した後、沈降し、スポンジチタン塊を形成すると考えられる。この際、気気反応で生じた Ti 微粉の一部は容器内壁面に付着し、針状の壁面スポンジを形成すると考えられる。数値シミュレーションの結果、気気反応と気液反応の割合は、序盤の場合、発熱量比で 28 : 72 と見積もられた。

- ・還元反応の終盤は、浴面の Mg が枯渇しているため、序盤および中盤とは反応機構が大きく異なり、 TiCl_4 は TiCl_2 に部分還元されて MgCl_2 (l)に溶解した後、 MgCl_2 浴深部で、 Mg によって Ti に還元される二段反応が生じていると考えられる。

- ・把握した反応機構に基づき還元反応高速化を実現する実機スケールの試験機を開発し、実証試験を行い 30%の反応高速化に成功した。

- ・真空分離機構を詳細に調査し、スポンジチタン塊の通気性も考慮した数値シミュレーションプログラムを開発した。また、把握した真空分離機構に基づいて、真空分離高速化技術を開発し、実機スケール試験や数値シミュレーションで検証した結果、30%以上の分離時間短縮効果があると見積もりられた。

- ・還元反応条件を適切に制御することで、実機スケール試験にて Cl 濃度 200ppm 以下の低 Cl スポンジチタンをトンオーダーで製造できた。

- ・所定量以下の Cl 濃度のスポンジチタンを「1. 高効率チタン薄板製造技術開発」の原料サンプルとして提供した。各種汚染源を排除する高品質化を進めることで直接圧延で製造したチタン薄板の表面疵を低減できた。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

下記の表には、2016年度よりテーマ番号 11 に統合された [テーマ番号 12] 高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発に関する件数も合わせて記載している。

表 3-2.3.2-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読 付き	その 他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレ ス発 表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	1	0	9	0	0	0	0	0	2
2015FY	0	2	16	1	0	0	0	0	2
2016FY	5	0	8	3	0	0	0	0	1
2017FY	2	2	16	3	0	0	0	0	2
2018FY	1	0	13	2	0	0	0	1	1
2019FY	1	0	7	1	0	0	0	0	1
2020FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
2021FY	0	1	0	0	0	0	0	0	1
2022FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
合計	10	5	69	10	0	0	0	1	11

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

本開発に関して知的財産権を確保するために、国内はもとより海外にも積極的に特許出願を進めている。

なお、下記の表には、2016年度よりテーマ番号11に統合された[テーマ番号12]高品質スポンジチタン高効率製造プロセス技術の開発に関する件数も合わせて記載している。

表 3-2.3.2-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT出願 [※]
2013FY	0	0	0
2014FY	1	0	0
2015FY	10	0	1
2016FY	9	1	10
2017FY	2	2	3
2018FY	7	0	0
2019FY	4	0	3
2020FY	0	0	0
2021FY	0	0	1
2022FY	0	0	0
合計	33	3	18

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.3.2.3 参考文献

なし

2.4 研究開発項目④「革新的アルミニウム材の開発」

2.4.1 [テーマ番号 1 3] 高強度アルミニウム合金を用いた自動車部品の開発 (2013 年度～2022 年度)

2.4.1.1 テーマの概要

(1)背景と目的

微量添加元素により高強度化した革新アルミニウム合金と、大型ねじり鍛錬加工装置による高機能化プロセスと、さらにその接合技術を併せて開発することで、自動車部材としての革新アルミニウム材料適用技術を確立する。さらにこれらの技術を適用した溶接構造自動車部材を試作・評価し、マルチマテリアルボディの実現につなげる。

(2)目標値

2018 年度までは航空機用材料を目標として、高強度アルミニウム合金の開発を進めた。2019 年度以降は自動車のマルチマテリアルボディの実現に向け、革新アルミニウム合金の開発と、アルミニウム合金の高機能化プロセス開発と、溶接構造自動車部材の試作、評価を進める。

表 3-2.4.1-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第 1 中間目標 (2015 年度末)	第 2 中間目標 (2017 年度末)	第 3 中間目標 (2020 年度末)	最終目標 (2022 年度末)
高強度・高靱性アルミニウム合金の開発 (2013～2018 年度)	引張強さ $\geq 660\text{MPa}$ 耐力 $\geq 600\text{MPa}$ 伸び $\geq 14\%$ ラボスケール	引張強さ $\geq 750\text{MPa}$ 耐力 $\geq 700\text{MPa}$ 伸び $\geq 12\%$ ラボスケール	引張強さ $\geq 750\text{MPa}$ 耐力 $\geq 700\text{MPa}$ 伸び $\geq 12\%$ を有し、幅 500 mm 以上の板材 (2018 年度末)	
高強度アルミニウム合金を用いた自動車部品の開発 (2019～2022 年度)			溶接構造用革新 5000 系合金開発 大型ねじり鍛錬加工装置によるアルミニウム合金の高機能化実証 フィラードレーザ溶接技術の開発 ベンチマークとなる自動車部材のリバースエンジニアリング	構造用革新 6000 系合金の開発 大型ねじり鍛錬加工プロセスによるアルミニウム合金の高機能化検証 革新アルミニウム合金を用いた自動車部品の設計および試作

(3)全体計画

2013～2018年度は、航空機向け高強度・高靱性アルミニウム合金（革新7000系合金）および、その製造プロセス開発を行う。高強度アルミニウム合金は7000系合金をベースとして化学成分の最適化を行う。また強度と靱性の両立を目的としたプロセス技術として、溶解鑄造技術（電磁攪拌鑄造技術）開発、鍛錬技術（ねじり鍛錬加工技術）開発、圧延技術（熱間圧延技術）開発、押出技術開発、鍛造組織技術開発、熱処理技術開発、水素ポア制御技術開発をそれぞれ行うとともに、航空機材の切削加工で問題となりうる残留応力測定技術開発も行う。さらにシミュレーション開発により、プロセス条件の最適化を検討する。

2019～2022年度は、超軽量自動車部品の開発を行うため、自動車部品向け革新アルミニウム合金として、Scの添加により高強度化した革新5000系合金および革新6000系合金の開発を行う。またアルミニウム合金の機能性向上を目的として、φ95mm大型ねじり鍛錬加工装置を開発・導入し、ねじり鍛錬加工の効果を検証する。実用化技術として、フィラードレーザ溶接技術開発を行い、革新アルミニウム合金の最適接合技術を確立する。さらに軽量化実証のための自動車部材を決定し、革新アルミニウム合金を用いた超軽量自動車部品の設計および実証試作を行う。

(4)実施体制

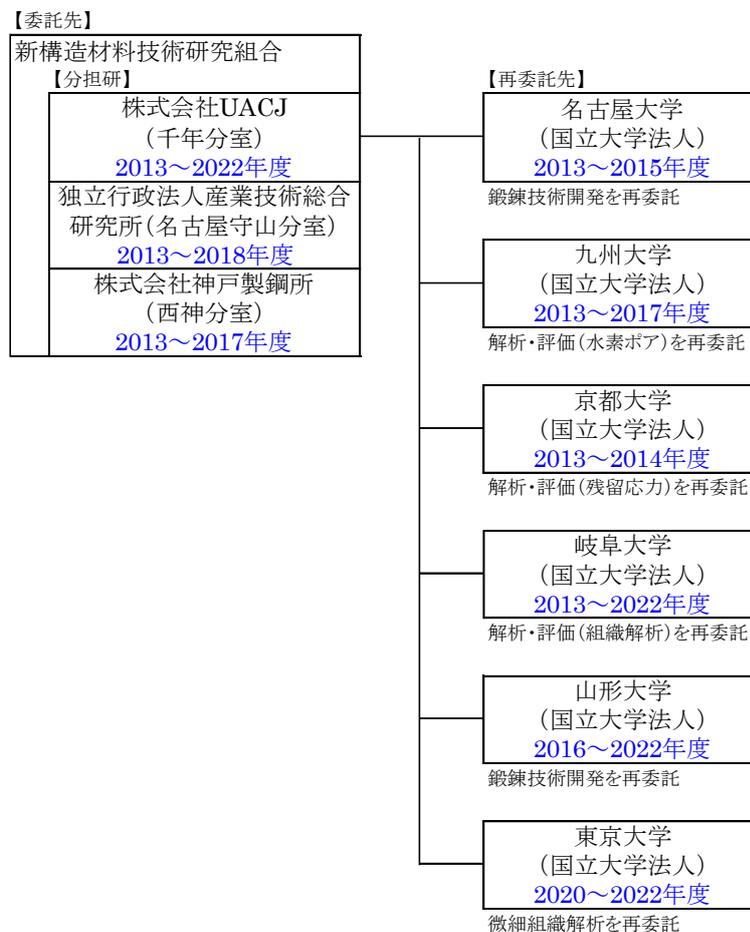


図 3-2.4.1.1-1 研究実施体制

表 3-2.4.1.1-2 分担研・再委託先の実施内容

分担研・再委託先	実施内容
UACJ	全体総括、革新アルミニウム合金開発、プロセス開発 等
産業技術総合研究所	溶解鑄造技術開発
神戸製鋼所	鍛造技術開発
名古屋大学	鍛錬技術開発
九州大学	水素ポア解析技術開発
京都大学	残留応力測定技術開発
岐阜大学	ねじり鍛錬加工材の強度解析・評価
山形大学	ねじり鍛錬加工の熱・歪シミュレーション
東京大学	革新アルミニウム合金の微細組織解析

(5) 運営管理

個別課題に関する打合せを随時必要に応じて実施。

さらに、年度初めと年度末に全体で進捗報告・技術討議を行い、全体進捗管理を実施する。

(6) 実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

航空機において大型機体では CFRP の採用が増加しているが、CFRP はコストが高いため中・小型機ではアルミニウム合金を主体とした機体構造が採用されている。例えば中・小型機で使用されるアルミニウム合金の 50% を革新 7000 系合金に置き換えると、約 10% 程度の軽量化が達成されることから、燃費の向上・CO₂削減・省エネルギーの観点からも実施の効果は非常に大きい。

一方、自動車部材には、鉄、あるいはアルミ一般材が使用されており、大幅な重量軽減のためには軽量・高強度合金の適用と、継手強度の向上が不可欠である。そこで Sc を添加した革新 5000 系合金および革新 6000 系合金を自動車部品に適用することで、超軽量自動車部品の作製を実現でき、燃費の向上・CO₂削減・省エネルギーの効果を得ることができる。なお Sc は生産量が少なく高価な元素であったが、近年オーストラリアの Ni,Co 鉱山で副産物として Sc の生産が始まっており、比較的 low コストでの入手が期待できる。

2.4.1.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.4.1-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
高強度・高靱性アルミニウム合金の開発 (2013～2018年度)	引張強さ $\geq 750\text{MPa}$ 耐力 $\geq 700\text{MPa}$ 伸び $\geq 12\%$ を有し、幅 500 mm 以上の板材 (2018年度末)	熱間圧延プロセスにより、最終目標を達成した。	○	
高強度アルミニウム合金を用いた自動車部品の開発 (2019～2022年度)	革新 6000 系合金 (6xxx+Sc 合金)の開発 大型ねじり鍛錬加工プロセスによるアルミニウム合金の高機能化検証 革新アルミニウム合金を用いた自動車部品の設計および試作	従来合金(6082-T6)材に対して 20%高強度化した革新 6000 系合金を開発した。 大型ねじり鍛錬加工では革新 7000 系合金の亀裂進展特性向上と 6061 合金の強度向上を確認した。 自動車部品の設計・実証試作では、フロントサイドメンバーでオリジナルに対して 40%の軽量化を達成した。	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

1. 合金開発 (2013～2017 年度)

高強度・高延性が得られる 7000 系アルミニウム合金を設計・開発することを目標に合金元素や熱処理等について検討した。合金の添加元素として亜鉛、銅、マグネシウムの添加量を変化させた合金及びその合金への復元処理（熱処理）条件について検証し、強度、延性、破壊靱性、耐 SCC 性、疲労特性の最適化が得られる添加量や条件を決定することができた。特に、「開発合金-T6 ラボ小型試作材」は最終目標の強度を達成しており、目標である合金組成を得ることができた。なお、「開発合金-T6 ラボ大型試作材」は圧延加工度の違いから 10MPa 程度強度が低く、「開発合金-T7 ラボ大型試作材」は熱処理条件の違いにより、さらに低強度の結果となった。

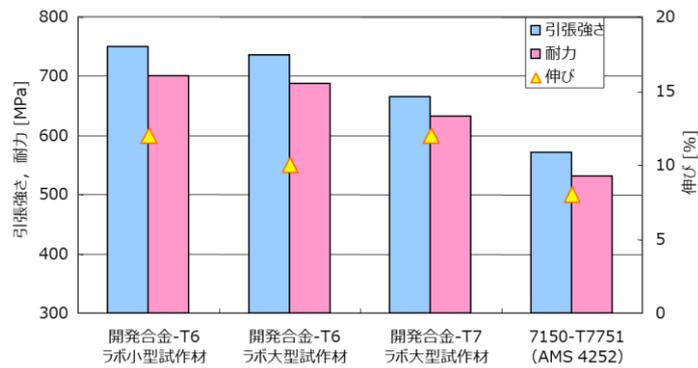


図 3-2.4.1.2-1-1 熱間圧延材の強度評価結果

2. 鋳造および脱ガス技術開発

2-1 電磁攪拌による鋳造組織微細化

アルミニウム合金の最終特性は最も上工程である鋳造工程における凝固時の結晶組織に大きく依存する。このため更なる特性向上を目指して、凝固中のアルミニウム溶湯に電磁攪拌を印加し、得られる鋳造組織を微細化する技術を開発した。また、本プロセスを実生産プロセスである連続鋳造プロセスへ組み込むことを検討し、連続鋳造プロセスにおいても鋳造組織微細化が可能であることを確認した。さらに、工業生産への展開を目的に、大型鋳塊の鋳造割れに対する技術ポイントの明確化と、電磁攪拌プロセスを大型ビレットに適用する際の課題と必要技術の抽出を行い、大型鋳塊製造に関して目途付けを行うことができた。

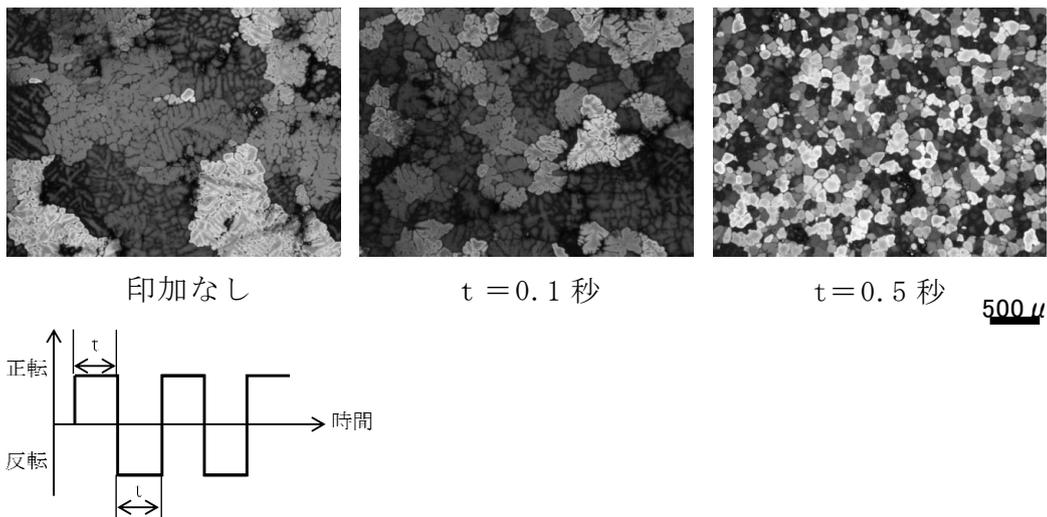


図 3-2.4.1.2-2-1 電磁攪拌による鋳造組織微細化技術の開発

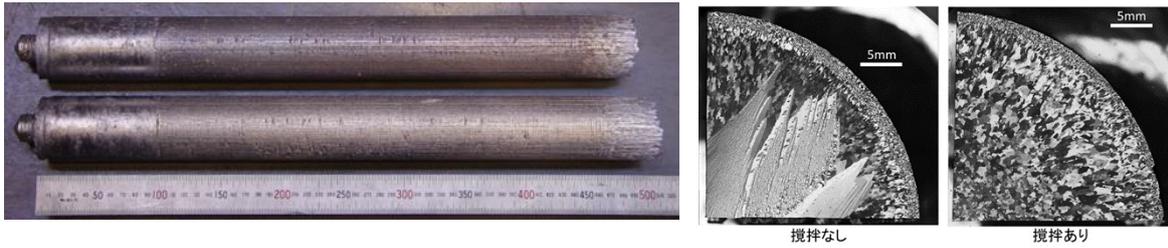


図 3-2.4.1.2-2 電磁攪拌を付与して作製した連続鋳造ビレットとその組織

2-2 脱ガス処理による含有水素量の低減

アルミニウム合金の靱性向上のためには、材料中に含まれるガス、特に含有水素を低減することが非常に重要となる。従来のバブリング法では困難であった 0.1ppm 以下にまで水素量を低減する真空脱ガス技術を開発した。

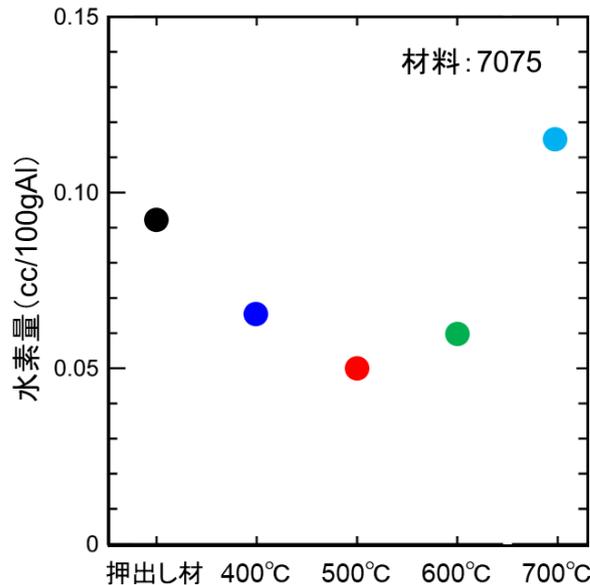


図 3-2.4.1.2-3 含有水素量に及ぼす真空脱ガス処理温度の影響

3. 鍛錬技術の開発

鋳塊に圧縮ねじり加工を施すことで組織の微細化および金属間化合物の微細分断化に非常に有効であることが確認された。続いてφ50mm ねじり鍛錬加工機およびφ95mm 大型ねじり鍛錬加工機を導入し、シミュレーションと併せて、限界加工条件、最適加工条件の検討を行った。そして、鋳造⇒ねじり鍛錬加工⇒均質化処理⇒熱間押出⇒溶体化・焼入れ⇒人工時効処理の工程で高機能化効果を検討した結果、革新アルミニウム合金で強度向上効果は認められなかったが、疲労亀裂進展特性 (T-L 方向) の向上を確認した。疲労亀裂進展試験後の破面 SEM 像より、T-L 方向ではねじり加工材の破面の凹凸が大きくなっている様子がみられることから、ねじり加工によって亀裂進展抵抗が上昇したと考えられる。

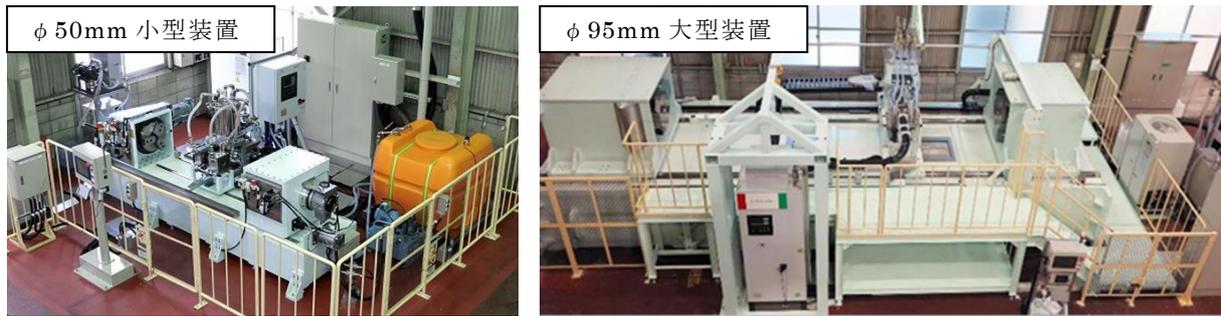


図 3-2.4.1.2-3-1 ねじり鍛錬加工装置の外観

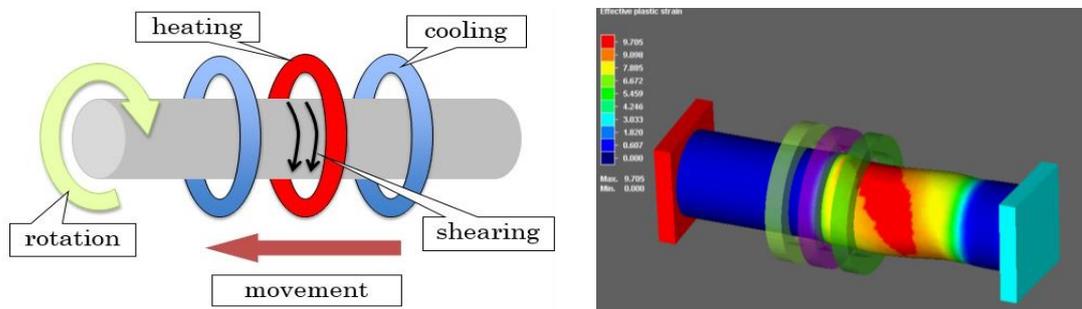


図 3-2.4.1.2-3-2 連続ねじり加工シミュレーションモデルおよび解析例

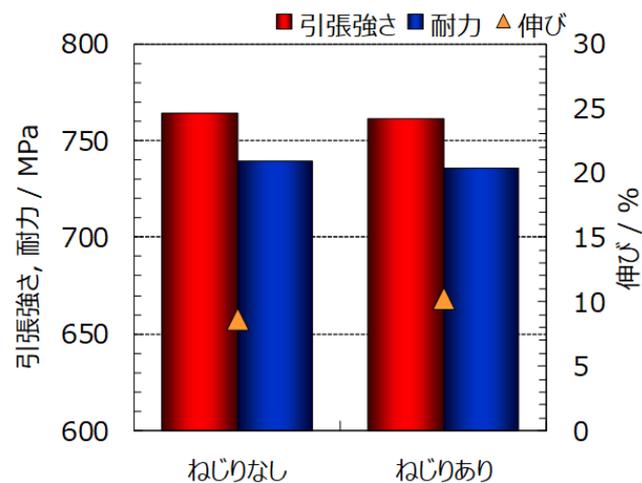


図 3-2.4.1.2-3-3 革新 7000 系合金の強度に及ぼすねじり鍛錬加工の効果

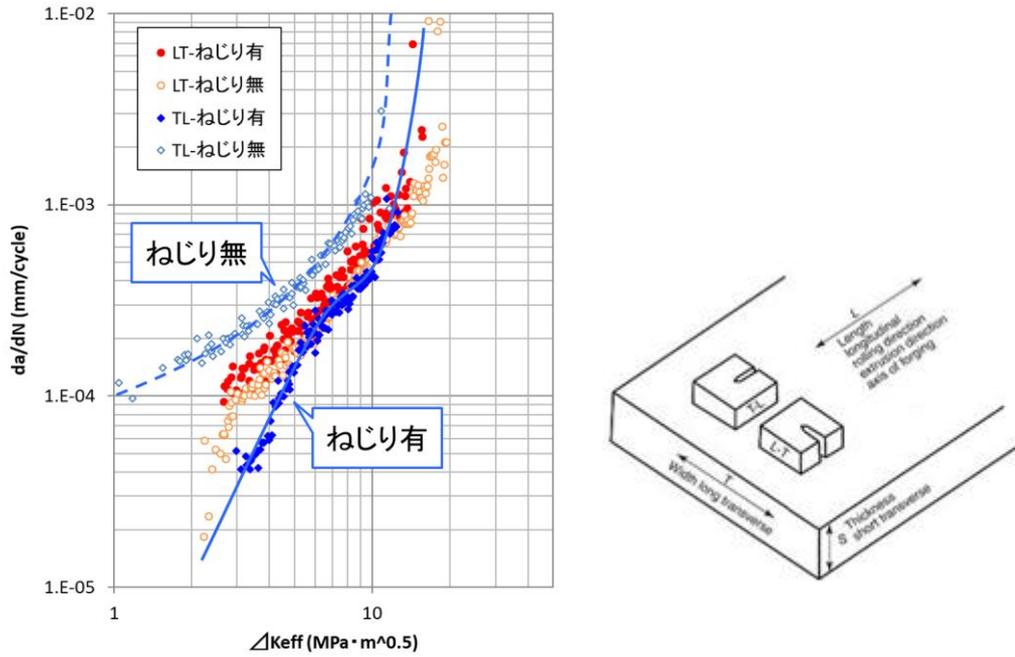


図 3-2.4.1.2-3-4 革新 7000 系合金の亀裂進展特性に及ぼすねじり鍛錬加工の効果

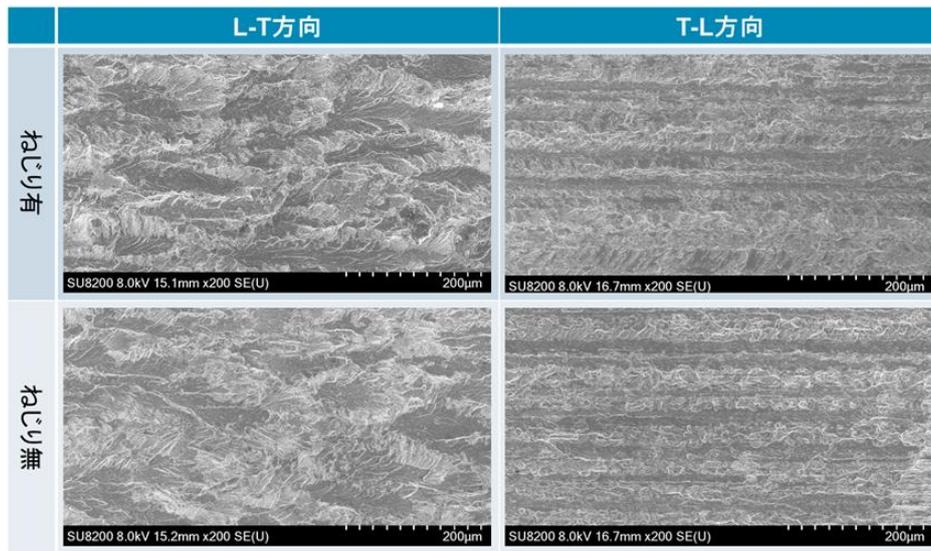


図 3-2.4.1.2-3-5 革新 7000 系合金の亀裂進展試験後の破面

また革新 7000 系合金ではねじり鍛錬加工による強度向上効果がみられなかったが、従来合金の 6061 合金 $\phi 95\text{mm}$ 押出棒を用いてねじり鍛錬加工後、T6 処理を行った結果、強度の向上を確認した。

表 3-2.4.1.2-3-1 6061 合金押出棒のねじり鍛錬加工による引張性質への影響

	引張強さ(MPa)	耐力(MPa)	伸び(%)
ねじり無	195	98	33
ねじり有	199	110	28

4. 圧延技術開発

熱間圧延時の温度および歪み速度の条件によって最終製品のマイクロ組織や機械的性質が変化することが明らかとなっており、最終板材としての集合組織・安定なサブグレイン組織を得るための最適熱間圧延条件等を検討して研究を進めた。圧延加工技術についての検証を複数の課題について行い、加工度を高めるための方法として圧延途中での切断装置の導入、圧延中の温度分布の発生を防ぐための途中加熱装置の導入等を行い、最良な圧延方法を開発した。この開発で得た技術を用いて革新 7000 系合金を圧延した結果、最終目標の強度を有する圧延板材を試作することが可能であり、さらに耐食性、破壊靱性を維持しながら高強度な板材が開発できることを確認した。

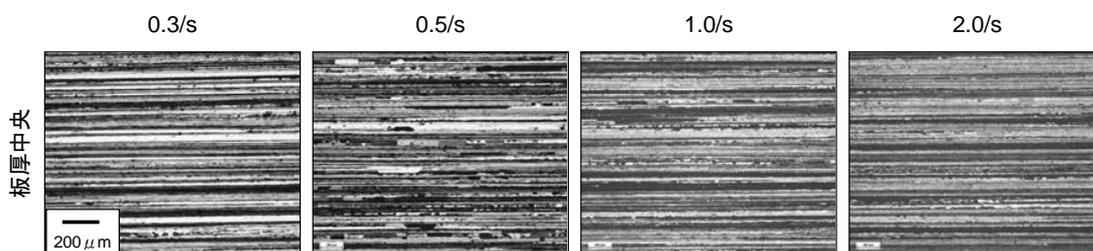


図 3-2.4.1.2-4-1 T6 材のマイクロ組織に及ぼす熱間圧延時の歪み速度の影響



図 3-2.4.1.2-4-2 最適な熱間圧延条件で作製した革新 7000 系合金板材

5. 押出技術開発

革新 7000 系合金では、ねじり鍛錬加工と押出加工を組み合わせることで、亀裂進展特性の向上が達成できることを確認した。さらに鍛錬加工実プロセスの最適化を目的として、自動運転有限要素解析システムを用いて押出製品のひずみ分布最小化条件を評価した。

また後述の実証試作部品で革新 6000 系合金の押出材を作製するが、断面形状が不均一なためダイス設計の最適化を行った。



図 3-2.4.1.2-5-1 プロセス最適化自動運転有限要素解析システムの概念図

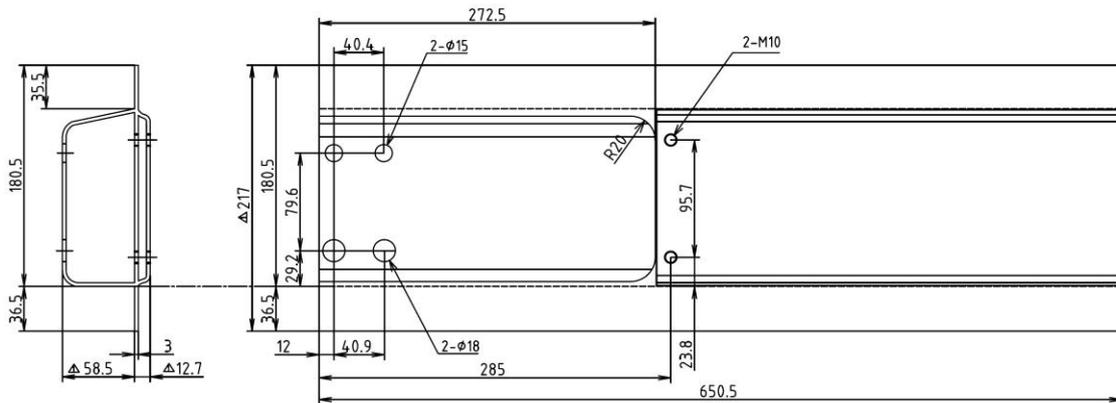


図 3-2.4.1.2-5-2 実証試作部品の形状

6. 鍛造技術の開発

高強度高延性鍛造材を得るための鍛造条件（温度，歪み速度，加工度）と機械的特性について、2014-2015年度は7050合金を用いた基礎試験、2016-2017年度は革新7000系合金を用いた検討を行った。革新7000系合金について、ビレット再加熱温度、鍛造開始温度、鍛造加工度がともに高いほど強度が向上する傾向がみられ、開発材No.1（ビレット再加熱温度470℃、鍛造開始温度400℃、ひずみ速度 $0.15s^{-1}$ 、鍛造加工度3.1）において、引張強さ、耐力はそれぞれ最高の766MPa、726MPaの値を示し、伸びも14%の高い値が得られ、第2中間目標（2017年度）を達成した。なお、比較として示したNo.3は、鍛造加工度が1.7である以外はNo.1と同一条件である。開発材No.1のマイクロ組織は、ベータファーバーが発達し、大部分の粒界が大角からなる粒径 $2.8\mu m$ の微細粒マイクロ組織からなることを確認した。

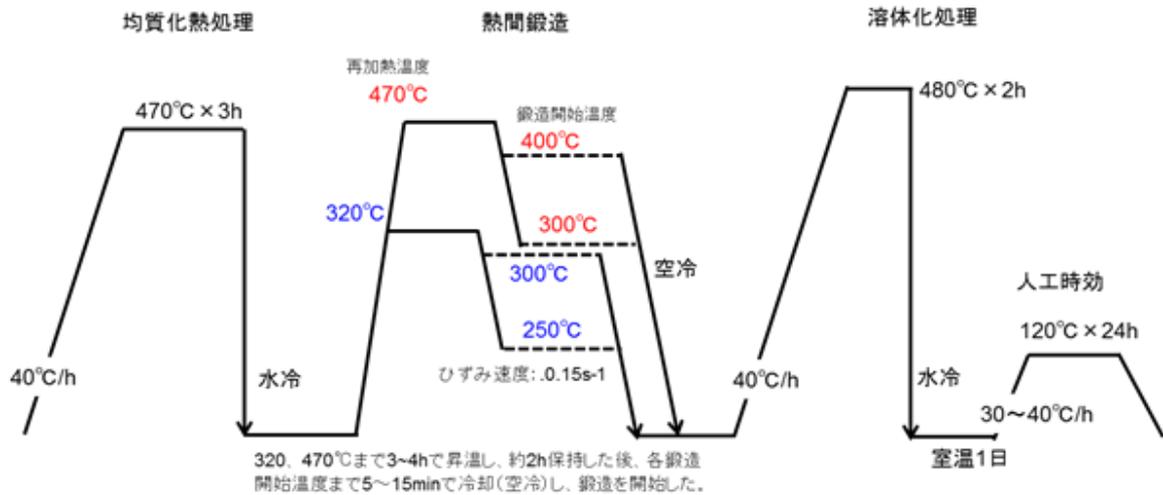


図 3-2.4.1.2-6-1 鍛造条件の検討 (供試材製造条件)

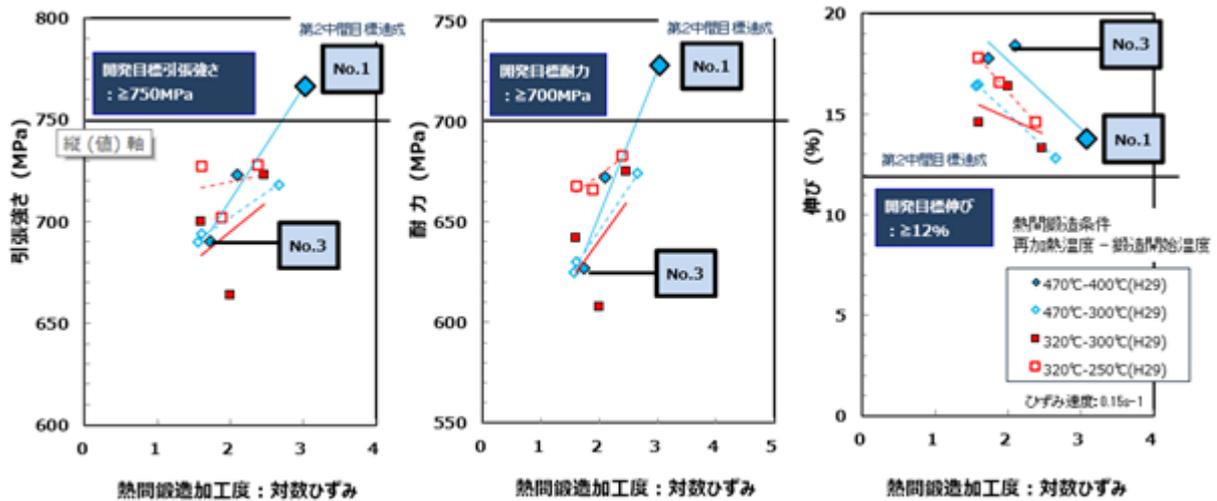


図 3-2.4.1.2-6-2 開発材の熱間鍛造加工度と機械的性質の関係

7. 熱処理技術開発

溶体化処理時の固溶量増大を図り、人工時効時の析出強化の増大を目的として高温溶体化処理の検討を行った。局所溶融を起こさないように昇温速度の制御を行い 480°Cの溶体化処理を実施した結果、強度の向上を確認した。さらに、耐食性に良好となる RRA 処理条件を検討し、引張試験及び応力腐食割れ試験から、RRA 処理の最適な条件を提示することができた。また、均質化処理・溶体化処理・人工時効の熱処理条件の最適化を行い、目標強度が得られる処理条件を提示した。

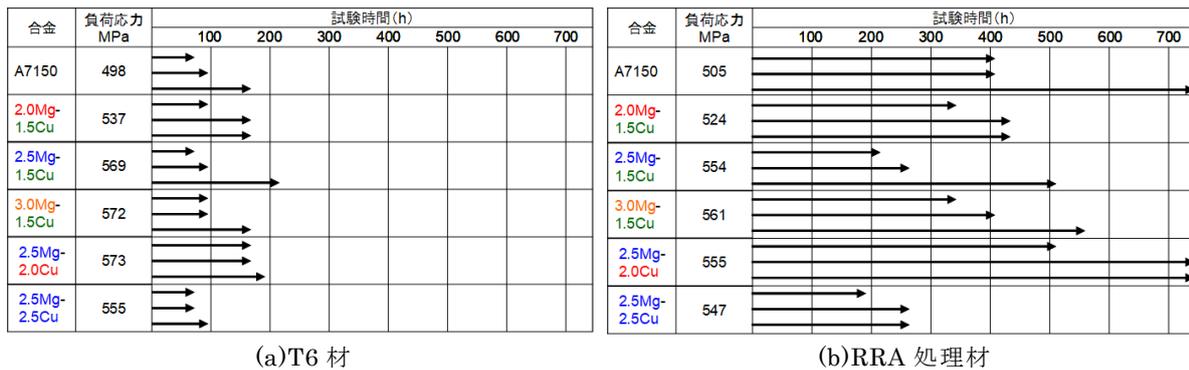


図 3-2.4.1.2-7-1 革新 7000 系合金の RRA 処理による耐 SCC 性向上 (10%Zn 材)

8-1 解析・評価—水素ポア制御技術開発

本研究では、含有水素の強度及び破壊靱性に及ぼす影響が大きいと、水素ポアの含有量の定量評価と水素脆化条件および脆化抑制効果を検討した。その結果、水素ポアは casting 中に晶出物上に発生し、熱処理で成長すること、晶出物の種類により水素ポアの生じ易さ・成長速度に大きな差があることを確認した。また、引張特性・破壊靱性は、通常材より水素量が多いと悪化するが、通常材以下の水素量では影響が少ないこと、疲労及び耐食性についても水素の影響があるが、0.05ppm 以下では影響がないことを明らかにした。また、開発合金では 500°C 以上の処理で水素が増加するが、処理時間を長くすることにより水素量を 0.05ppm 以下にまで低減可能であることを明らかにした。

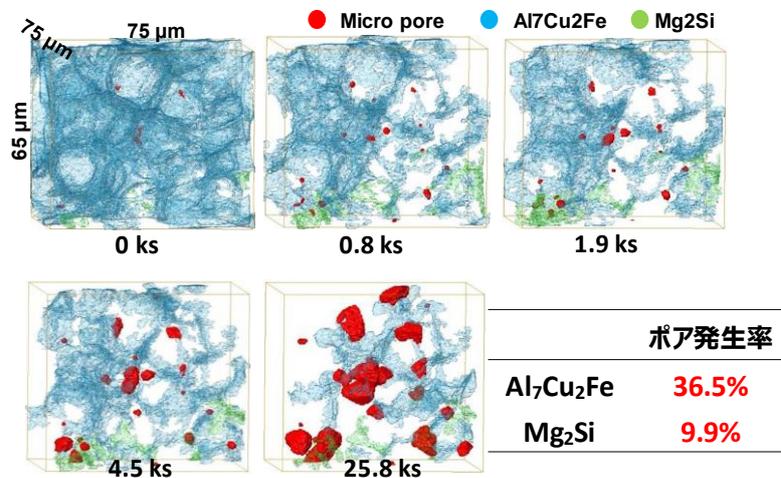


図 3-2.4.1.2-8-1 熱処理中の水素ポアの発生・成長挙動の 4D 観察

8-2 解析・評価—残留応力評価技術開発

厚肉の金属材料において、高温から急速冷却を行う溶体化処理時に表面と内部の温度勾配によって熱応力が発生し、残留応力が残存するため精密加工時にひずみやねじれが発生し問題となることがある。残留応力を定量的に把握することは非常に重要であり、材料内部における残留応力分布を評価するため、深穴穿孔法 (DHD 法) による残留応力測定装置を導入し、高精度に内部応力の分布を測定する技術を開発した。さらに深穴穿孔法では表面近傍の残留応力を正確に測定できないため、穿孔法装置を

導入し、穿孔法と深孔穿孔法を組み合わせることにより、表層から高深度までより正確な残留応力の評価を行える手法を開発した。また、中性子回折法による残留応力測定を行い、深孔穿孔法の測定結果と比較して、深孔穿孔法が十分な精度を有することを検証した。

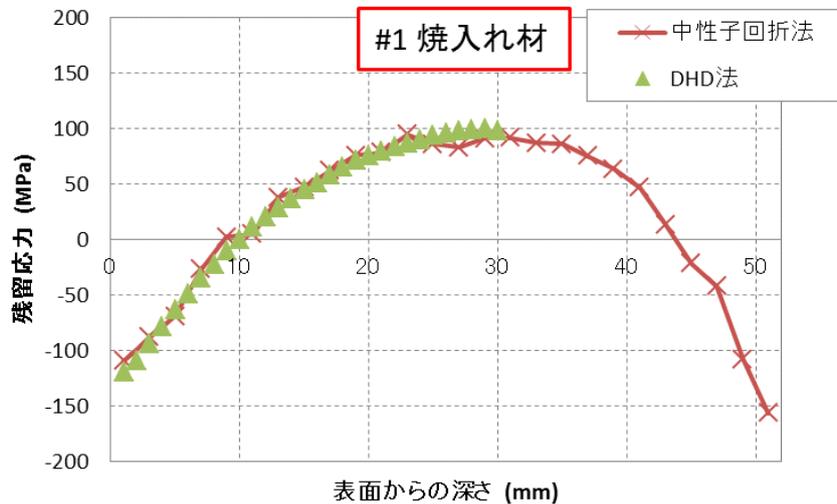


図 3-2.4.1.2-8-2 深孔穿孔法（DHD 法）と中性子回折法による残留応力測定結果の比較

8-3 解析・評価－組織解析

ねじり鍛錬加工は外周部ほどひずみ量が大きく、中心部ではひずみ量はゼロに近い。断面内でのひずみ分布が大きいことから、 $\phi 50\text{mm}$ でのねじり鍛錬加工による機械的性質の不均一性について、ねじり鍛錬加工後に $\phi 12\text{mm}$ 丸棒形状に押出した材料を用いて、微小引張試験により定量的に調査した。ねじり有無とも、最外周部分（中心から 5mm ）の位置において強度が大きく変動しているが、原因の解明には至らなかった。最外周部分を無視すると、引張強度は位置に依らずほぼ同じ値を採っており、その平均はねじり無の方が高いことを明らかにした。

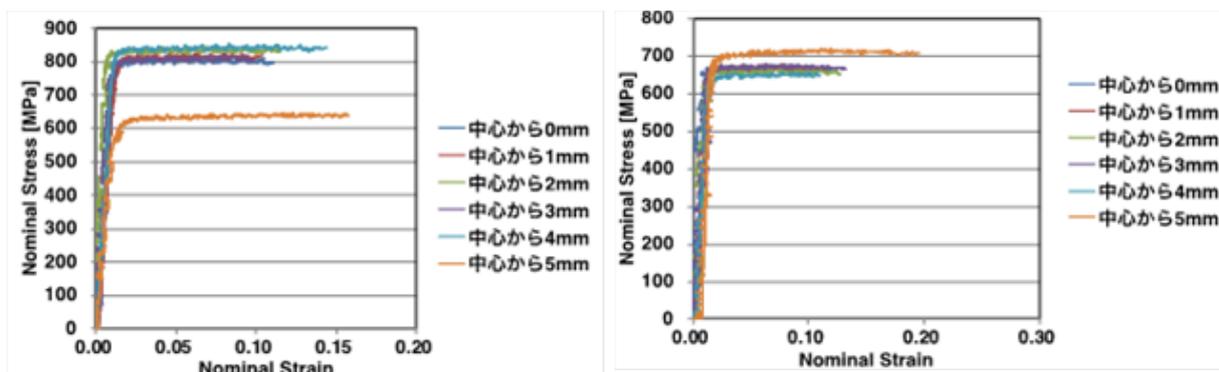


図 3-2.4.1.2-8-3 ねじり鍛錬加工有無による断面内強度分布
(左：ねじり無 右：ねじり有)

8-4 解析・評価－用途開発

革新 7000 系合金については用途開発を実施し、重工メーカーで飛行体に採用され、少量ではあるものの量産を実施した。

高強度アルミニウム合金を用いた自動車部品の開発においては、TESLA Model 3 をベンチマークとして、革新 5000 系合金および革新 6000 系合金を用いたフロントサイドメンバーと、革新 6000 系合金を用いたサイドシルインナーの設計および実証試作を行った。前者はオリジナルのハイテン材に対して約 45%の軽量化を達成し、後者はオリジナルの従来アルミニウム合金材に対して約 9%の軽量化を達成した。

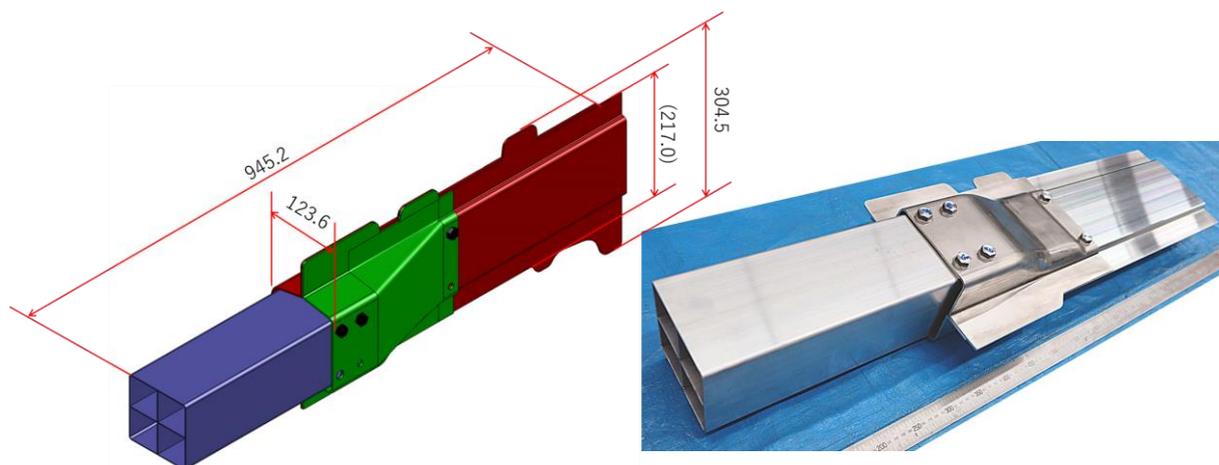


図 3-2.4.1.2-8-4 革新アルミニウム合金を用いて設計した
フロントサイドメンバーの模式図と試作品

8-5 解析・評価－微細組織解析

2020 年度に開発した革新 5000 系合金の微細組織解析を行った。その結果、押出前の均質化処理後の段階では直径 6nm 程度の微細析出物が観察され、押出後にはさらに直径 3nm 程度の微細析出物相の増加を確認した。

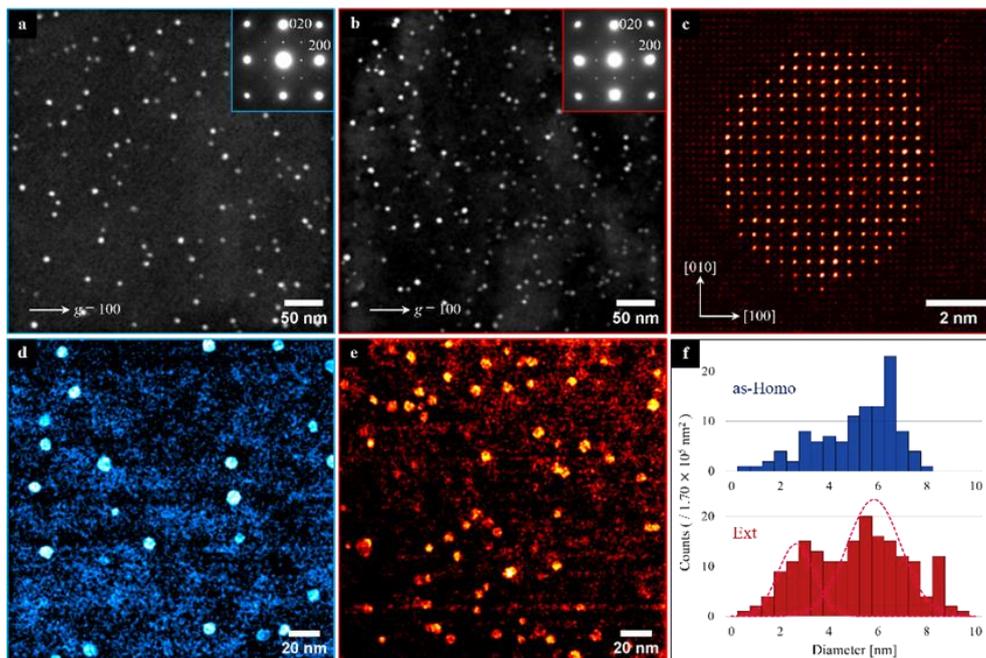


図 3-2.4.1.2-8-5 革新 5000 系合金の電子顕微鏡組織および析出物サイズ分布 (a, d)押出前、(b, c, e)押出後、(f)析出物サイズ分布

8-6 解析・評価－接合技術開発

自動車部品の溶接技術開発を目的として、フィラードレーザ溶接試験を行った。各試験材に対して、溶接割れや溶け込み不良の発生しない条件を確認し、良好な溶接材を得た上で強度評価を行った。革新 7000 系合金はいずれの溶接法でも、塑性変形に移行する前にビード部で破断し、60%以下の低い継手効率を示した。一方、革新 5000 系合金は V 型開先、I 型開先ともフィラードレーザ溶接では継手効率 100%であり、良好な溶接性が得られた。ワイヤ無しでは継手効率が 46%まで低下したため、高い溶接強度を得るにはワイヤ供給が必要と考えられる。比較材の 6061-T6 材と 7046-T5 材は、フィラードレーザ溶接では標準的な継手効率を示した。

表 3-2.4.1.2-8-1 レーザ溶接試験材

合金	引張強さ (MPa)	耐力 (MPa)	伸び (%)
革新 7000 系合金	704	646	12
革新 5000 系合金	248	182	14
6061-T6	292	259	7
7046-T5	478	430	15

表 3-2.4.1.2-8-2 レーザ溶接試験材の引張試験結果

溶接方法	合金	TS [MPa]		継手効率 [%]		YS [MPa]		EL [%]		破断位置※	
フィラード レーザー I形 開先	革新7000系合金	455	408	65	58	-	-	1	0	W	
		382		54		-		0.2		W	
		386		55		-		0		W	
	革新5000系合金	248	248	100	100	172	175	11	12	B	
		249		101		177		14.2		H	
		246		99		175		12		B	
	6061-T6	198	206	68	70	150	148	4	4	H	
		210		72		136		4		H	
		209		72		159		3.8		H	
	7046-T5	426	421	89	88	328	327	3.8	3	B? H?	
		417		87		324		4		B? H?	
		420		88		330		2		B? H?	
	フィラード レーザー V型 開先	革新7000系合金	307	298	44	42	-	-	0	0	W
			295		42		-		0		W
			291		41		-		0		W
革新5000系合金		247	247	100	100	172	177	9.8	11	B	
		250		101		182		12		W	
		244		99		177		12.2		B? H?	
6061-T6		200	198	68	68	144	148	2.2	3	H	
		197		67		155		2.2		H	
		198		68		145		3.8		H	
7046-T5		389	389	81	81	308	315	2	2	W	
		394		82		320		2		W	
		384		80		316		2.2		W	
ウオプリン グレーザ		革新7000系合金	73	73	10	10	-	-	0.2	0.2	W
			103		42		98		0.2		W
		革新5000系合金	119	115	48	46	100	103	0.4	1	W
	122		49		111		1		W		
	120		41		104		0.2		W		
	6061-T6	135	103	46	35	120	112	0.2	1	W	
		55		19		-		2		W	
		55		12		-		0		W	
	7046-T5	76	61	16	13	-	-	0	0	W	
		53		11		-		0.2		W	

※破断位置 B: 母材 (Base material)、H: 熱影響部 (HAZ)、W: ビード部 (Weld bead)

9. 接合用合金開発

高耐食性が必要な自動車部品の場合、5000系合金、あるいは6000系合金が一般に適する。そこで従来合金よりもさらに高強度の合金として、革新5000系合金および革新6000系合金を開発した。革新5000系合金O材は溶接構造用中空押出材、革新5000系合金H26材はプレス加工板材、革新6000系合金は高強度中空押出材の用途に適する。

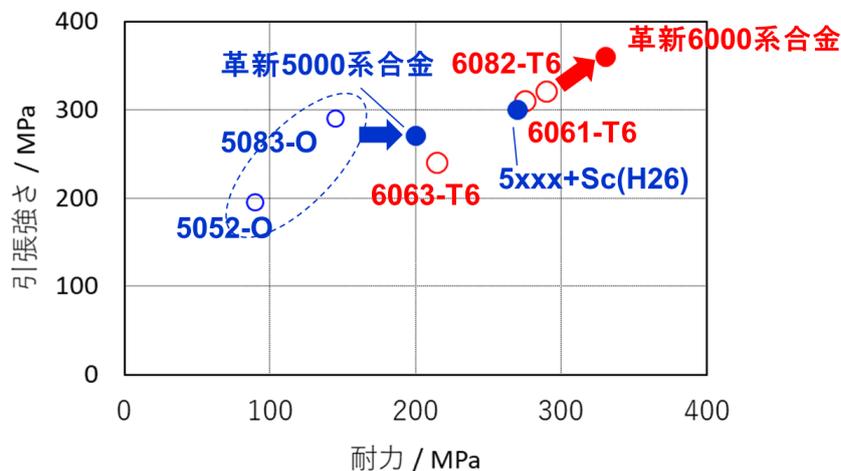


図 3-2.4.1.2-8-6 開発した革新5000系および革新6000合金の強度

表 3-2.4.1.2-8-3 革新 5000 系と革新 6000 系合金の特長

	革新5000合金	革新5000合金	革新6000合金
	O材	H26材	T6材
引張強さ	270MPa	300MPa	360MPa
耐力	200MPa	270MPa	330MPa
伸び	16%	9%	14%
中空材押出	○	×	○
耐食性(一般)	○	○	○
耐SCC性	○	○	○
溶接性(継手効率)	90-100%	70-80%	60-70%
最適用途	中空構造体 (溶接あり)	板プレス品	中空構造体 (溶接なし)

(3)成果の普及(論文、外部発表等)

表 3-2.4.1-3 論文、外部発表等の件数(内訳) 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	8	0	0	0	0	0	1
2015FY	4	0	11	1	0	0	0	0	1
2016FY	3	0	8	1	1	0	0	0	2
2017FY	1	0	2	0	0	0	0	0	2
2018FY	4	0	5	0	0	0	1	0	1
2019FY	0	0	5	1	0	0	0	0	0
2020FY	0	0	1	0	1	0	0	0	1
2021FY	0	0	5	1	0	0	0	0	1
2022FY	1	0	2	1	0	0	2	0	2
合計	13	0	47	4	2	0	3	0	11

※実施者が主体的に開催するイベント(フォーラム、シンポジウム等)

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.4.1-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	1	0	0
2016FY	2	0	0
2017FY	1	0	0
2018FY	0	0	0
2019FY	0	0	0
2020FY	0	0	0
2021FY	1	0	0
2022FY	0	0	0
合計	5	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.4.1.3 参考文献

なし

2.4.2 [テーマ番号 1 4] 「アルミニウム材新製造プロセス技術開発」(2014 年度～2022 年度)

2.4.2.1 テーマの概要

(1)背景と目的

日米欧の各地域における燃費規制により、軽量化のため自動車への Al 合金製部材の採用が加速し、今後も Al 材料の需要増大が見込まれている。一方で、膨大な電力を消費する Al 新地金製錬の環境負荷低減と低コスト化、さらに Al スクラップ増大への対応が課題となっている。そこで、本研究開発はエネルギー効率に優れた Al 新地金の革新的な製法「室温電解製錬（イオン液体法）」の実用化、イオン液体法を利用した独自の Al スクラップ再生技術の開発、および高機能 Al 合金を開発するという目標を掲げた。この Al の室温電解製錬プロセスは、ボーキサイトから水酸化アルミニウム ($\text{Al}(\text{OH})_3$) を従来の製法により合成し、その後、 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を経て Al 地金を製造する (図 3-2.4.2.1-1)。上記プロセスにおいて、 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ の脱水反応により AlCl_3 を合成してから Al 地金を製造する方法と、 AlCl_3 を経由しないその他の方法とが考えられる。これらの室温電解製錬のプロセスについて北海道大学と共同で研究開発を進めた。また、Al スクラップの不純物を除去し、地金を再生する技術の開発を大阪大学に委託した。製造される Al 地金は箔の状態のため、その均一性向上を京都大学に、生産性と表面品質向上を岩手大学に委託し開発を進めた。UACJ は、これら基盤技術の取りまとめと、パイロットプラントおよび製造設備の設計と構築を担った。2020 年度からはイオン液体法を利用した独自の Al スクラップ再生技術の開発に注力した。日本では年間約 400 万トンのアルミニウム製品が製造され、その約半分が展伸材として利用される。スクラップは年間約 130 万トン発生しており、そのうち約 100 万トンが主に輸送機器用の鋳物用途として再生利用される。このようなリサイクルは純度の低下を伴うカスケードリサイクルとよばれ、再生不可能なスクラップの蓄積を生じる。また、近年、輸送機器の軽量化に伴うアルミニウム製品の使用量の増加、EV 車の普及に伴う鋳物材使用量の減少が進むにつれてアルミニウムスクラップの発生量は増加していくことが予想される。このような課題を解決しうる新しい製造プロセスとして「イオン液体を用いたハイアップグレード技術」に着目した。この技術開発により、再生困難な低グレードアルミニウムスクラップを高純度のアルミニウムまでハイアップグレードする技術の開発を目指す。

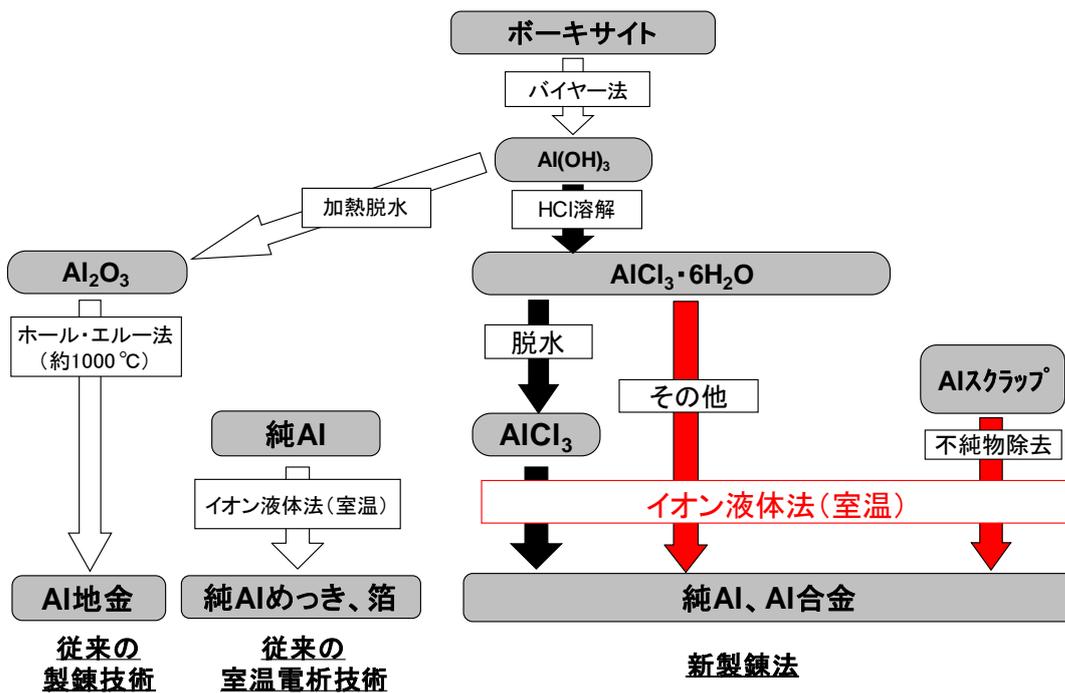


図 3-2.4.2.1-1 開発プロセスと従来プロセスの比較

(2)目標値

表 3-2.4.2-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1 中間目標 (2015 年度末)	第2 中間目標 (2017 年度末)	第3 中間目標 (2020 年度末)	最終目標 (2022 年度末)
連続電析技術 (2014～2019 年度)	小型パイロットプラントによる幅20mm 以上×長さ1,000mm 以上のAl 薄膜または条の作製	量産技術確立のため、パイロットプラントの構築し、実証試験を開始する。	新電解浴における攪拌法、液供給方法を改良し、長尺の電析箔を連続的に安定して回収可能な連続電析プロセスの指針を確定する。 新電解浴を用いた、電析速度 1.0 μm/min 以上の指針を確定する。 (2019 年度末)	

表面の平滑化 (2014～2019 年度)	Al 箔表面の平滑性の支配要因を特定する。	平滑性向上の技術（添加剤、基板素材、電析条件等）の確立。	添加剤、電解手法のさらなる最適化により、生産効率が良く、平滑性に優れた高品質の膜を製造可能な条件を見極める。 (2019 年度末)	
無水 AlCl ₃ 新製法 (2014～2019 年度)	触媒を用いた無水 AlCl ₃ 製法の可否を判定する	AlCl ₃ 系イオン液体の大量合成法を開発、提案する。	新電解浴を用いた金属 Al 作製法の指針を確定する。 (2019 年度末)	
共析の制御(1) (2014～2022 年度)	不純物除去法を開発する。	再生 Al を利用可能とする。	再生用電解液特性（限界電流密度および電析速度、操業電圧の調査、電解液の耐久性等）の把握と展伸材アノード使用時の不純物除去能力を把握する。	・ 鋳物級アノードから 99.9%以上の純度へのハイアップグレード技術の指針確定 ・ 電流密度 100 mA cm ⁻² 以上での高速電析技術の確立
高速電析技術 (2018～2022 年度)			電解手法（浴温、電流波形、攪拌手法等）と添加剤の最適化による平面方向と板厚方向の電析速度向上手法を調査する。	・ 電力原単位 7、000 kWh ton ⁻¹ 以下でのハイアップグレード技術の開発
共析の制御(2) (2014～2017 年度)	Al 合金中の含有元素量の支配要因を解明する。強度向上のため Mn を、高融点元素添加の技術確立のため、Nb, Ta 含有 Al 合金を作製する。	連続電析による Al 合金製造法を確立する。 (2017 年度末)	最終目標達成のため中間目標設定なし	高融点金属の高濃度添加技術の確立 (Nb、 Ta を 5mass% 以上)

(3)全体計画

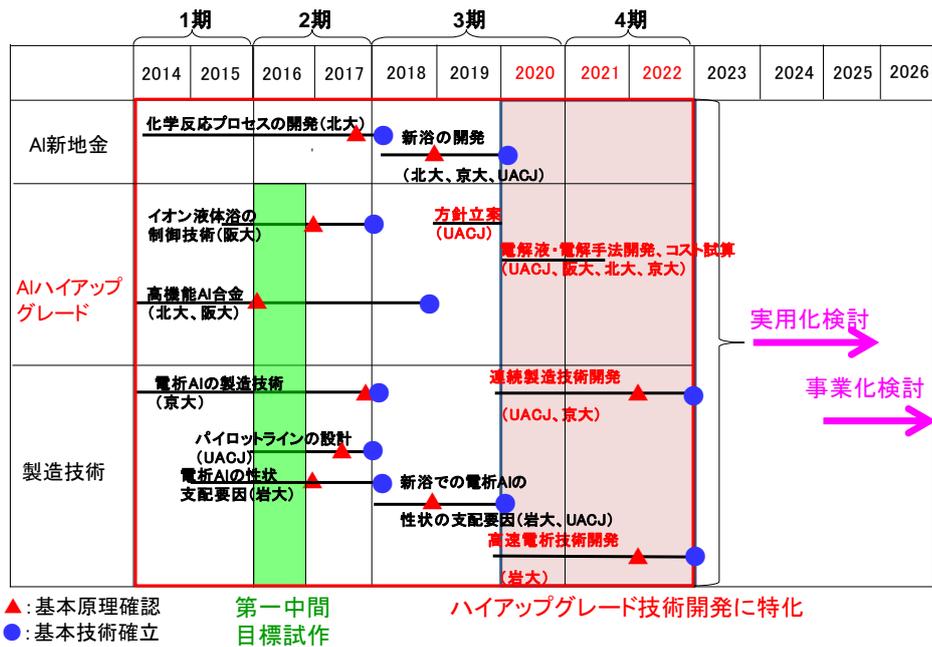
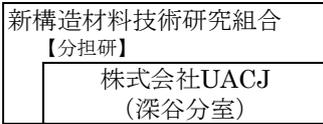


図 3-2.4.2.1-2 全体計画

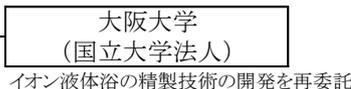
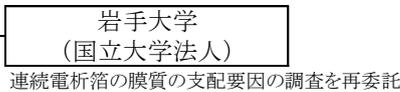
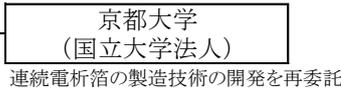
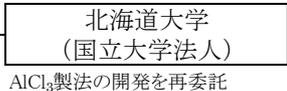
(4)実施体制

・ 2014～2019 年度

【委託先】

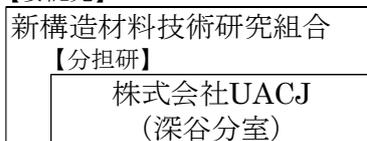


【再委託先】



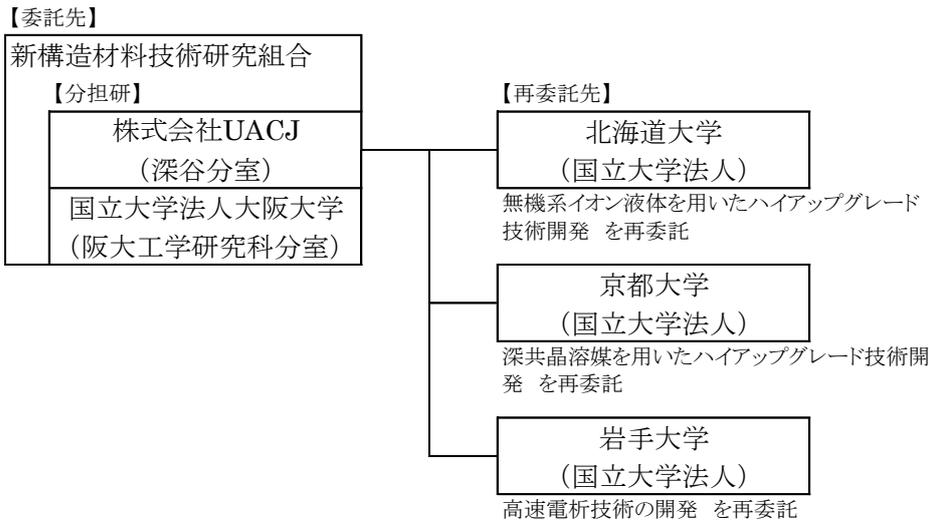
・ 2019 年度

【委託先】

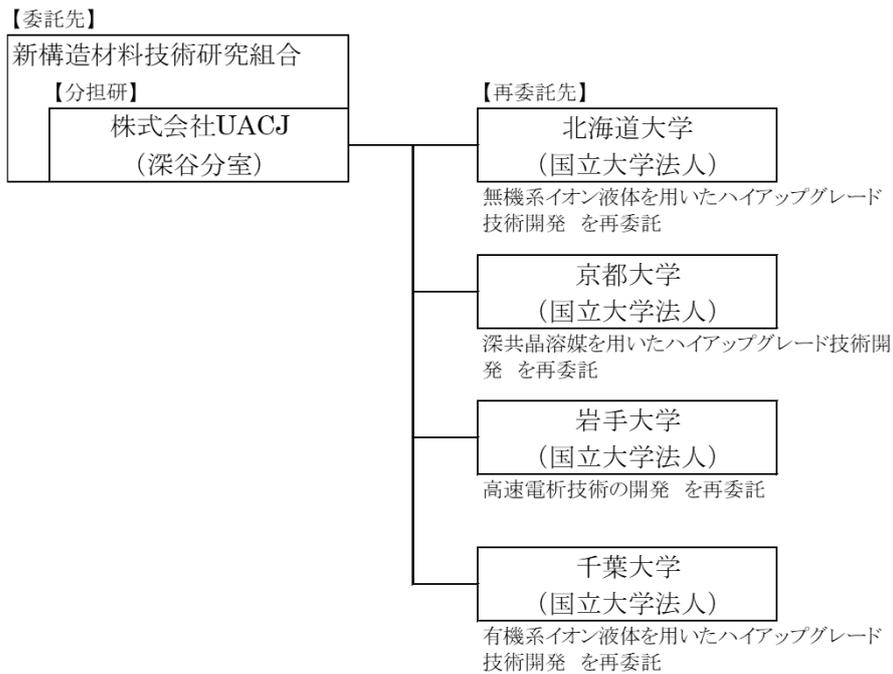


AlCl₃製法の開発

・ 2020～2021 年度



・ 2022 年度



(5) 運営管理

2018 年度までは深谷分室（株式会社 UACJ）が牽引役となり、再委託先に要素技術の開発を委託して、開発を推進した。定期的な会合を開催し、技術開発の進捗および事業戦略について協議し、課題と解決方法および目標の共有をはかった。北海道大学は主に AlCl_3 新製法の開発および $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 由来のイオン液体作製を、大阪大学は不純物除去技術と高融点元素添加 Al 合金の試作を、京都大学は連続電析の基盤技術を、岩手大学は表面の平滑化および成膜速度の向上について取り組んだ。2019 年度、深谷分室は、これら要素技術を組み合わせて連続電析装置の構築および高品質の Al

箔を製造する電析条件の確立に取り組んだ。2020年度からはハイアップグレード技術開発のため、「(4) 実施体制」に示す体制で取り組んだ。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

自動車の軽量化への寄与が大きいAlの需要は年々増大している。低コストの新地金製錬の事業化が達成されれば、自動車材用途だけでも経済効果は数百億円/年が見込まれる。また、日本では年間約400万トンのアルミニウム製品が製造され、その約半分が展伸材として利用される。スクラップは年間約130万トン発生しており、そのうち約100万トンが主に輸送機器用の鋳物用途として再生利用される。このようなりサイクルは純度の低下を伴うカスケードリサイクルとよばれ、再生不可能なスクラップの蓄積を生じる。また、近年、輸送機器の軽量化に伴うアルミニウム製品の使用量の増加、EV車の普及に伴う鋳物材使用量の減少が進むにつれてアルミニウムスクラップの発生量は増加していくことが予想される。このような課題を解決しうる新しい製造プロセスとして「イオン液体を用いたハイアップグレード技術」に着目している。この技術開発により、鋳物級スクラップ（Al純度90%以下）を使用し、ホール・エルー法で製造される地金（約99.7%）よりも高純度な地金（99.9%以上）を製造することが可能となれば、従来はホール・エルー法に加えて、三層電解法等の技術を併用しなければ製造できなかった高純度アルミニウムが、省エネルギーで製造可能となり、新規精製技術が確立される。また、電流密度が100 mA cm⁻²以上であれば、従来技術により近い電流密度での電解が可能となるため、電解槽の設計と組み合わせることで工業化を見据えることができる。さらに、ホール・エルー法のような高温（約1000℃）かつ炭素アノードを使用する技術¹⁾²⁾よりも低温かつアルミニウムアノードを使用する本技術が確立すれば、低電圧な電解に伴う省エネルギーかつCO₂排出量の低いアルミニウム製造技術となることが期待される

2.4.2.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.4.2-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
連続電析技術 (2013～2019年 度)	新電解浴における 攪拌法、液供給方 法を改良し、長尺 の電析箔を連続的 に安定して回収可 能な連続電析プロ セスの指針を確定 する。 新電解浴を用い た、電析速度 1.0 μm/min 以上の指針 を確定する。 (2019 年度末)	新電解浴を用いた AI 電 析プロセスにおける攪拌 方法、液供給方法、電解 手法等を改良すること で、安定的な AI が電析 可能となり、新電解浴を 用いた連続電析プロセ スの指針が確定した。ま た、パイロットプラント の仕様を決め、費用を試 算することができた	○	
表面の平滑化 (2013～2019年 度)	添加剤、電解手法 のさらなる最適化 により、生産効率 が良く、平滑性に 優れた高品質の膜 を製造可能な条件 を見極める。 (2019 年度末)	電流波形、添加剤、攪拌 方法等の電解条件を最適 化することにより生産効 率が良く、平滑性に優れ た高品質の膜を製造可能 な条件を見極めることが できた。	○	
無水 AlCl ₃ 新製法 (2013～2019年 度)	新電解浴を用いた 金属 Al 作製法の指 針を確定する。 (2019 年度末)	配位子を用いた AlCl ₃ ・ 6H ₂ O の脱水手法を開発 したことにより、新電解 浴を用いた金属 Al 作製 法の指針が確定した	○	
共析の制御(1) (2013～2022年 度)	・ 鋳物級アノード から 99.9%以上の 純度へのハイアッ プグレード技術の 指針確定 ・ 電流密度 100 mA cm ⁻² 以上での高速	候補となる各種ハイアッ プグレード用電解液の基 礎特性を把握。(2)最適 な電解液の選定により、実 用鋳物合から 99.9%以上 の純度へハイアッ プグレードする手法の指針を	○	

	電析技術の確立 ・電力原単位 7、 000 kWh ton ⁻¹ 以下 でのハイアップグ レード技術の開発	確定。また、ラボスケ ールで、現行法よりも省エ ネルギーでハイアップグ レードできる指針を確 定。		
高速電析技術 (2018～2022年 度)	(2022年度)	アノードを実用合金 (Al 純度 99.9%以下) とした 際の電析速度の向上手法 を調査し、電析速度と精 製純度を両立させる条件 を見極めることができ た。	○	
共析の制御(2) (2013～2017年 度)	高融点金属の高濃 度添加技術の確立 (Nb、 Ta を 5mass%以上) (2017年度)	高濃度の Al-Nb、 Al-Ta 合金製造技術を確立。	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

1. 連続電析技術

高品質の電解アルミニウム箔を安定的に製造するためには、装置部材および電解条件の最適化が必要である。まず、Al を電析させるチタンカソードドラムの表面性状の最適化を試みた。装置パラメーター（電極形状、素材、巻取り速度等）を決定し、独自設計の連続電析実験機を製作し、グローブボックス内に設置した。本装置を利用して、長さ 1m 以上の長尺 Al 箔の作製を試み、連続電析技術に関する有用な知見を得た。

2. 表面の平滑化

電解 Al 薄箔の表面形態制御や高機能化のため、平坦度および成膜速度を向上することを目的とし、連続電析膜の膜質の支配要因を調査した。パルス電解法を用いて、電解条件として、周波数および浴温を制御することで、それらの電解条件が電解 Al 箔の平滑性および成膜速度に及ぼす影響を検討した。電解質には室温イオン液体を用いた。

2.1 電解手法の確立

2.1.1 パルス電解法の周波数が電流効率に及ぼす影響

作用極に Ti 板 (0.950 cm^2)、対極に Al 板、参照極に Al 線、および電解質に 2 元系浴を用いた。周波数が電流効率に及ぼす影響を検討するため、パルス電解法の周波数を 5 および 100 Hz (duty 比 0.5) に制御し、電気量を 30 C cm^{-2} 、浴温を室温とし、電流密度 52.6、63.2、73.7、84.2、および 94.7 mA cm^{-2} で電解した。周波数 5 Hz では、電流密度 63.2 および 73.7 mA cm^{-2} で電流効率 84.8 および 78.9% を示した。それに対し、周波数 100 Hz では同電流密度において、電流効率 96.4 および 93.7% を示した。以上の結果、高電流効率を示した周波数 100 Hz で電解することとした。

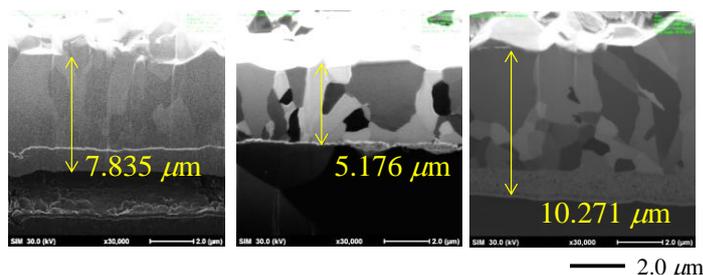
2.1.2 パルス電解法における浴温が電流効率に及ぼす影響

パルス電解法における浴温が電流効率に及ぼす影響を検討するため、浴温を室温および 50 °C に制御して、電気量を 30 C cm^{-2} 、周波数を 100 Hz、および duty 比を 0.5 とし、電流密度 52.6 - 189 mA cm^{-2} で電解した。浴温が室温では、電流密度 84.2 mA cm^{-2} で電流効率は急激に減少し、80% 未満であったのに対し、浴温 50 °C では、137 mA cm^{-2} においても 80.4% の電流効率を示した。これは浴温が室温から 50 °C に上昇すると、2 元系浴の粘度が大幅に減少し、Al イオン種の拡散が速くなるためと考えられる。

2.2 電解 Al 箔の表面の平滑性の評価

2.2.1 電解条件が電解 Al 箔の粒子成長に及ぼす影響

電解条件が電解 Al 箔の粒子成長に及ぼす影響を調べるため、電気量 30 C cm^{-2} 、電流密度 84.2 mA cm^{-2} 、および duty 比 0.5 で作製した電解 Al 箔について、断面 SIM 観察を行った (図 3-2.4.2.2-1)。



(a) 周波数: 5 Hz, 浴温: 室温 (b) 周波数: 100 Hz, 浴温: 室温 (c) 周波数: 100 Hz, 浴温: 50 °C

(a)周波数 5 Hz、浴温が室温での膜厚は $7.385 \mu\text{m}$ 、(b)周

図 3-2.4.2.2-1 各電解条件で作製した電解 Al 箔の断面 SIM 像

波数 100 Hz、浴温が室温での膜厚は $5.176 \mu\text{m}$ 、および(c)周波数 100 Hz、浴温 $50 \text{ }^\circ\text{C}$ での膜厚は $10.271 \mu\text{m}$ であった。周波数 5 および 100 Hz の断面 SIM 像を比較すると、100 Hz の方が膜厚は薄かった。電流効率を考慮すると、100 Hz の方が高かったため、周波数が高くなると、ち密な箔が得られるといえる。また、(b)と(c)から浴温が上昇すると、結晶粒は大きくなることが明らかとなった。

2.2.2 電解条件が電解 Al 箔の表面粗さに及ぼす影響

電解条件が電解 Al 箔の表面粗さに及ぼす影響を調べるため、電気量 30 C cm^{-2} 、電流密度 84.2 mA cm^{-2} 、および duty 比 0.5 で作製した電解 Al 箔について、原子間力顕微鏡(AFM)観察を行った。ここで、 S_a は算術平均粗さを示す。(a)周波数 5 Hz、浴温が室温での S_a は $0.1437 \mu\text{m}$ 、(b)周波数 100 Hz、浴温が室温での S_a は $0.1720 \mu\text{m}$ 、(c)周波数 100 Hz、浴温 $50 \text{ }^\circ\text{C}$ での S_a は $0.3466 \mu\text{m}$ であった。したがって、周波数は S_a にほとんど影響を及ぼさないが、浴温は S_a に影響を及ぼすことが明らかとなった。

2.2.3 電解条件が電解 Al 箔の成膜速度に及ぼす影響

電解条件が電解 Al 箔の成膜速度に及ぼす影響を検討するため、断面 SIM 像から得た電解 Al 箔の膜厚を用いて、成膜速度を算出した。

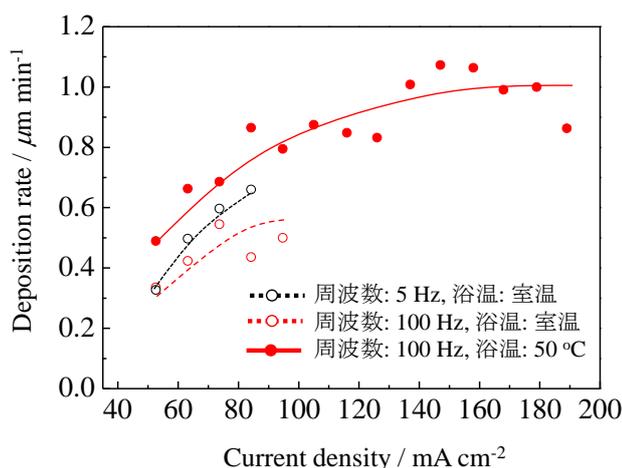


図 3-2.4.2.2-2 電流密度と成膜速度の関係

図 3-2.4.2.2-2 に電流密度と成膜速度の関係を示す。浴温が室温では、周波数が 5 Hz から 100 Hz に上がると、成膜速度は減少した。これはち密な箔が得られたためである。また、浴温が室温から $50 \text{ }^\circ\text{C}$ に上昇すると、電流密度 100 mA cm^{-2} 以上での成膜速度が大幅に増加し、電流密度 158 mA cm^{-2} の時、成膜速度は $1.064 \mu\text{m min}^{-1}$ を示した。

3. 無水 AlCl_3 新製法

北海道大学にて $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ から Al 化合物を合成し、それを Al 源とする新浴の開発を進めた。合成後の塩をカールフィッシャー水分計で分析したところ、脱水が十分に進行していないことが示唆された。この化合物を直接溶媒に溶解させていたが、さらに配位子を用いた脱水を試みた。60 °C で減圧乾燥して得られた塩をカールフィッシャー水分計で分析したところ、脱水が不十分であることが確認された。そこで配位子の候補に追加して効果を調査した。その結果、効果的な配位子を使用することで Al イオンの周囲に配位する水分量を 900ppm まで減少させることができ、Al イオンの周囲に配位する水分子を配位子で置換することができた。ここで得られた塩を、溶媒に溶解させて CV (サイクリックボルタンメトリ) を行ったところ、カソード電流が確認でき、定電位電解を行うことにより、Al を含有する電析物が再現性良く得られるようになった。

4. 共析の制御

4.1 無機系イオン液体を用いたハイアップグレード技術開発

無機イオン液体を用いてアルミニウム合金の電解精製を行い、より高い純度のアルミニウムをより低い電力原単位で電析させることが本研究の目的である。スクラップとして大量に排出されることが予想される各種 Al-Si 合金をアノード材料として使い、電解精製実験を行った際の Al の溶解挙動に注目した。

電解精製条件は 150 °C の無機イオン液体電解液中で 10 mA cm^{-2} の電流密度で 50 時間の印加である。アノードに用いた Al 合金は、鋳物材 ADC12-F 合金と AC4C-F 合金、展伸材の Al-11%Si 合金であり、カソードは銅板またはチタン板を用いた。

電解前のアノードと電解後のカソードの電析物の Al 濃度を比較すると、ADC12-F 合金では 83wt% から 99wt%、AC4C-F 合金では 90wt% から 99wt%、Al-11%Si 合金では、89wt% から 99wt% であった。この結果より、どの合金においても電解精製によって Al のアップグレードリサイクルが可能であることがわかった。

4.2 有機系イオン液体を用いたハイアップグレード技術開発

本研究では有機イオン液体電解液を用いることにした。この有機イオン液体を本研究の標準電解液とすることで、電解セルの改良に必要な様々な情報の収集に取り組んだ。

4.2.2 隔膜無し電解セル

電解セル構成に A3003-O または ADC12-F アノードを適用して、電解浴温度: 323 K、カソード電流密度: -10 mA cm^{-2} 、カソード交換時間: 25 時間 (×4 回) の条件で、100 時間の電解実験を行った。A3003-O アノードを使用したときのカソードについては、25 時間電解を 4 回繰り返すことで 100 時間の電解を行ったが、Cathode1 (電解時間: 0-25 時間)、Cathode2 (同: 25-50 時間)、Cathode3 (同: 50-75 時間)、Cathode4 (同: 75-100 時間) のいずれについても、ほぼ同じような表面形態であり、その表面は塊状

の析出物で覆われていた。SEM 観察の結果から、析出物の多くは平坦な結晶面を有する粒子により構成されていた。回収したカソード析出物を EDX 分析したが、Al 以外の遷移金属種に帰属できるスペクトルは存在しなかった。電解電圧と電流効率から見積もられる電力原単位については、1530 ~ 1780 kWh t⁻¹ の間で推移し、ホール・エルー法による新地金製造時に必要となる 13000 ~ 16000 kWh t⁻¹ の 10 ~ 15 % 程度のエネルギー量で高純度 Al が回収できた。

ADC12-F アノードについても同様の調査を行ったが、興味深いことに Si については、イオン種となって溶出することがないため、電解時間に依存することなく、2 wt% 程度のほぼ一定の値となった。電力原単位については、A3003-O のときよりもかなり大きな値 (9411 kWh t⁻¹) になることがわかった。隔膜無し電解セルを用いて得られた結果を考慮し、カソードでの遷移金属種の混入を低減するため、隔膜付き電解セルを新たに設計・作製した。

4.2.3 隔膜付き電解セル

ADC12-F アノードと隔膜付き電解セルを用いて 100 時間の電解実験を行った。アノード側電解液に黒色の粒子が分散・沈殿しており、これがアノードに由来する生成物であることが一目瞭然でわかる。電解後のアノードや黒色の粒子については、隔膜無し電解セルで得られた試料の分析結果と同じであった。つまり、電解後の ADC12-F アノードの表面は Si が主成分である多孔質膜に覆われており、黒色粒子はその膜が脱落したものと考えられる。カソード側にも僅かに黒色粒子が分散しているように見えるが、その多くは電解後にアノード側電解液から流入したものである。カソード析出物は少し明るい灰色へと変化したが、析出物表面を覆う粒子の形態は隔膜無しで得られたものとほぼ同じであった。しかしながら、Al の純度は大きく向上し、その差は電解時間が長くなるにつれて、より大きくなった。隔膜無しの場合には、電解時間が 50 時間を超えると Al の純度は大きく低下するのに対し、隔膜があると、100 時間経過後も Al の純度が低下することはなかった。Cathode4 の不純物元素の量を比較すると、本来の目的である遷移金属種の混入が抑制されるだけでなく、Si についても混入が抑制されるといった想定外の結果も得られた。電解実験時の電圧変化やアノード、カソードの電位変化の挙動についても、隔膜無しの場合とほぼ同じであった。電力原単位については 10000 kWh t⁻¹ を超える大きな値 (10097 kWh t⁻¹) であった。この問題に対しては、操業温度を上昇させることにより、電力原単位を簡便かつ効果的に改善できることを実証した。

4.3 深共晶溶媒を用いたハイアップグレード技術開発

深共晶溶媒浴のアルミニウム電解製錬への適用の妥当性を評価するため、深共晶溶媒中で、各種 Al 合金をアノードにして電解を行い、電解電圧、電析物中の不純物濃度などを調べた。Al 展伸材をアノードに用いた場合、Al 鋳造合金 (AC4C-F および ADC12-F) に対して検討を行った。

いずれの Al 鋳造合金をアノードに用いた場合も、アノード表面にはポーラス状の黒色物質の堆積が認められた。カソード上には、銀灰色の電析物が得られた。析出形

態は、純 Al をアノードに用いた場合に比べて、平滑でなく、ノジュール状であった。アノードから浴中に溶出した不純物が平滑な電析を阻害したものと考えられる。

各アノード材を用いた電解において、電解前後の電極重量の変化から、Al のアノード溶解および Al のカソード電析の電流効率をそれぞれ算出した。いずれの Al 合金をアノードに用いた場合も、アノード溶解の電流効率は、100% 前後でばらつく値であった。電流効率の値のばらつきが大きい原因は、アノードの溶解の進行に伴って、電極の一部が微細な粒となり、物理的に電極から脱落する一方で、アノードの一部がポーラス状に溶け残り、その空隙に電解液が残留するため、電解による電極の重量変化を正確に測定することが困難なことにある。一方、カソードにおける Al 電析の電流効率も、ほぼ 100% であることが明らかとなった。

電解時の電圧と電流効率から、AC4C-F および ADC12-F をアノードに用いた場合の Al 生産の電力原単位を見積もると、それぞれ約 7600 kWh/t および 8300 kWh/t であった。これらの値は、展伸材 (A3003-O、A5182-O、A6016-T4) をアノードに用いた場合の値 (約 4000 kWh/t) に比べて、約 2 倍大きい。この原因は、先に述べたように、アノード表面に溶け残った不純物が蓄積し、Al の溶解を阻害するため、電解の進行により大きな電圧を必要とするためと考えられる。後に示すように、アノードに溶け残る主な不純物は Si である。鋳造合金 (AC4C-F、ADC12-F) は展伸材 (A3003-O、A5182-O、A6016-T4) に比べて Si 含有率が高いことが、電解電圧の上昇につながったと考えられる。

深共晶溶媒浴中での各不純物の挙動について以下のようにまとめられる。Si は Al 合金から浴に溶出しないため、電析物に取り込まれることはほとんどない。Mg は、Al 合金から Al とともに溶出するが、電析物中には析出することはほとんどない。Mg の析出電位が Al の析出電位に比べてかなり低いと思われる。Fe、Mn は Al 合金から Al とともに溶出し、Al とともに電析される。これらの元素の電析・溶解電位は、Al の電析・溶解電位よりもやや貴な値であると考えられる。このため、これらの金属イオンが溶出した浴からは、Al の析出とともにこれらの金属が電析されてしまう。これらの金属イオン濃度を低く保つことが、高純度 Al を得るために必要であると考えられる。

4.4 ハイアップグレード技術開発のまとめ

各電解液の基礎特性をまとめる。有機イオン液体は通常、電析速度が遅いが、平滑な電析が可能のため、電流効率が高く、回収が容易である。有機イオン液体は添加剤を用いることもできるため、これにより電析速度と電流効率を高水準で維持した電析が可能となることもわかった。一方、無機イオン液体は電析速度が速いが、電析形態が荒く、電流効率が低下した。深共晶溶媒は他のイオン液体の中間程度の性質を示すことがわかった。

これら基礎特性を理解した上で、スクラップを想定した各種 Al 材を用いて、各電解液中で電解精製を行った。深共晶溶媒を用いた、電解精製前後の ADC12 アノードおよび電解精製後の電析物の Si 濃度の EPMA 分析結果、電解後のアノード表面の Si 濃度が電解前よりも増加する一方で、電析物からは Si は検出されなかった。Si は電

解液中に溶解しにくく、Al の優先溶解が生じ、Si が電極表面に留まるか、電解液中に脱離・沈殿するため、Si が効率よく除去できることがわかった。この現象は、いずれの電解液においても確認されたため、本法により従来技術では除去困難であった Si を除去できることが確認された。

5. 高速電析技術

岩手大学を中心に、有機系イオン液体を用いた高速電析技術を開発した。電解手法による電析速度の向上技術は他の電解液（無機系イオン液体、深共晶溶媒）にも適用可能な基盤技術となる。

まず、アノードを高純度 Al (99.9%以上) とした際の電解手法（浴温、電流波形、攪拌手法等）と、添加剤の最適化による電析速度（平面方向と板厚方向）の向上手法を調査した。特に、浴温 50 °Cにて、Al 電析物の膜厚 200 μm 相当（当初の計画 300 μm 厚から変更）の電気量での電析に対する平滑剤の添加効果を調査し、その有効性を明らかとした。その結果を踏まえ、操業温度（浴温）150 °C以下、最大電流密度 100 mA cm⁻²で、電流効率 90%以上、操業電圧（電解電位）2.0 V 未満を目標として、Al 電析実験を実施した。

浴温と電解電位の関係を調べるため、クロノポテンシオメトリーを実施した。浴温 50~90 °Cにおける電流密度 100 mA cm⁻²のクロノポテンシオグラムから、浴温 50 °Cでは、電析時間 0~61.6 秒の間（6.16 C cm⁻²に相当）、電解質の還元限界電位-2.2 V（vs. Al/Al(III)）より卑な電位を示した。これより、電解初期には Al の電析反応に加え、副反応の電解浴の還元分解が発生することが示唆された。しかし、浴温を 70 °C、さらには 90 °Cに上昇させると、電解電位は貴にシフトし、-2.0 V 未満を示した。以上より、浴温を 70 °C以上に設定すれば、電流密度 100 mA cm⁻²で Al が電析されると考えられる。

浴温 50~90 °Cにおける添加浴から得られた Al の電析実験（200 μm 厚相当）の結果を示す。浴温にかかわらず、カソードの回収効率とアノードの電流効率は約 100%であった。浴温 50 °Cおよび 90 °Cと比べ、浴温 70 °Cにおいて中央部の電析量が最も多かった。また、浴温 90 °Cにおける電析では、1 回目は浴温 70 °Cとほぼ同じ傾向であったが、2 回目以降、中央部は減少し、円周部は増加した。以上より、電流密度 100 mA cm⁻²で電析するには、浴温 90 °Cでは時間とともに OP 添加効果が減少する可能性があるため、浴温を 70 °Cとする必要がある。

6. 共析の制御(2)

浴（イオン液体）から任意の組成の Al を析出させるため、所定の元素を共析させ任意の組成の Al 合金を作製する技術を確立する必要がある。合金作製に関しては、低温環境において高融点の Nb あるいは Ta を共析させる手法の開発に取り組んだ。Nb については電解浴へ添加することに成功し、合金を製作できた。Ta については、Ta イオンを含有する無機イオン液体中でボルタモグラム測定を行い、Ta イオンの還元過程および析出電位を明らかにした。またボルタモグラムの測定結果をもとに定電位電解を行った。各種電解電位で Al-Ta 合金を電解で形成でき、より卑な電解電位ほ

ど Al を多く含有する Al-Ta 合金が得られる事がわかった。

また、高強度 Al 合金箔の製造を想定し、Al-Mn 合金箔の作製と Mn 含有量の制御を試みた。電析の際の電流密度および浴組成により、Mn 含有量を制御できることを示した。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.4.2-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023 年 2 月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
2015FY	1	0	2	0	0	0	0	0	1
2016FY	0	0	6	0	0	0	0	0	1
2017FY	1	0	5	0	0	0	0	1	2
2018FY	1	1	3	0	0	0	0	0	1
2019FY	0	1	7	0	0	1	0	0	0
2020FY	2	0	3	0	0	0	0	0	1
2021FY	1	0	7	2	0	0	0	0	1
2022FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
合計	6	2	32	2	0	1	0	1	9

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.4.2-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願 [※]
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	1	0	0
2016FY	5	4	1
2017FY	4	2	3
2018FY	2	0	0
2019FY	0	0	0
2020FY	0	0	0
2021FY	0	0	0
2022FY	0	0	0
合計	12	6	4

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.4.2.3 参考文献

なし

2.4.3 [テーマ番号 2 1] 複層アルミ合金の開発 (2014 年度～2018 年度)

[テーマ番号 0 2] 残留 γ 相制御中高炭素鋼板の異種・同種材料接合技術の開発のうち「⑫複層アルミの合金設計、組織解析・制御技術の開発」および「⑬ヘテロ界面微細組織解析技術の構築」(2019 年度～2020 年度)

2.4.3.1 テーマの概要

(1)背景と目的

地球温暖化抑制のためには CO₂ 排出量削減が重要課題であり、様々な策が講じられてきている。運輸部門では自動車をはじめとする輸送機器の軽量化による燃費向上が最も効果的な対策の一つである。自動車におけるアルミニウム材料の採用は軽量化に直結しており、アルミニウム材料の使用拡大が期待されている。しかし、現状の自動車へのアルミニウムの使用率はまだ低く、エンジン、ホイール、トランスミッションケース等の鋳造品が大半であり、飛躍的な軽量化を図るためには、アルミ化が十分に進展していない車体骨格部品へのアルミ板材の適用を加速する必要がある。しかしながら、軽量化とともに衝突安全性を要求する車体骨格部品へのアルミ化が十分に進展していない理由の一つは、鋼板と比較して延性に劣り、強度も低いという材料課題があるためである。また、既にアルミ板材が適用されている部位においても、部品としての剛性・強度を上げるための幾何学剛性に必要な複雑形状成形技術や厚肉板材の適用などから、軽量化効果も十分に得られていない。今後、アルミニウム板材を自動車ボディに広く適用するためには、強度と延性という、相反する素材特性を両立するとともに、部品の段階ではその構造に適したプレス材料（ブランク材）における板厚分布、強度分布を有する材料の活用が求められている。

そこで、本研究開発では、輸送機器の抜本的軽量化を目的に、強度と延性という、相反する特性を両立するための複層アルミ合金の研究開発と、その製造技術の開発を行う。これらの技術開発を推進することで、輸送機器の燃費向上によるエネルギー消費量と CO₂ 排出量の削減及び我が国の産業の国際競争力強化を目指す。

(2)目標値

本テーマの位置付けは、輸送機材の国際競争力強化のための、自動車軽量化、CO₂ 排出量削減につながるアルミニウム合金の創出である。目標に関しては、以下の表の通りである。

表 3-2.4.3-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
複層合金設計、組織解析・制御技術の開発 (2014～2020年度)	小型サンプルでの成形前の伸び(17%以上)、成形・熱処理後の耐力(550MPa以上)を両立する組織コンセプトの提示	ラボサンプルでの成形前の伸び(20%以上)、成形・熱処理後の耐力(600MPa以上)の両立	成形前の伸び(20%以上)、平面ひずみ領域の破断限界ひずみ(0.15以上)、成形・熱処理後の耐力(700MPa以上)の両立	
複層合金製造技術の開発 (2014～2017年度)	板幅30～50mm程度の積層アルミ合金板の製造プロセス指針の提示	ラボサンプルでの積層アルミ合金板の製造制御指針の提示		
ヘテロ界面微細組織解析技術の構築 (2014～2019年度)	モデル合金を用いた、20 μ m以下のマイクロビームでのX線小角散乱法による、組織傾斜領域での析出組織分布の定量図示化の検討	抽出合金を用いた、数 μ mのマイクロビームでのX線小角散乱法による、組織傾斜領域での析出組織分布の定量図示化の検討	引張変形中の組織変化過程の放射光マイクロビームによるIn-situ一次元スキャン(変形中の動的測定位置の分解能100 μ m以下) (2019年度末)	

(3)全体計画

第1期(2014年度～2015年度)として、各項目毎に、そのコンセプトのラボ検証を行う。これらのコンセプトの検証、レビューを第1期で行った上で、第2期以降の研究開発を継続するか検討を行った。第2期(2016年度～2017年度)では、各項目毎に、引張特性の更なる向上策、プロセスの制御策をラボレベルで行った。第3期(2018年度～2020年度)では、実用化検討として、部材として要求される特性評価、向上策の検討をラボレベルで行った。なお、革新的新構造材料等研究においては、テーマ番号21「複層アルミ合金の開発(2014年度～2018年度)」に引き続き、テーマ番号02「残留 γ 相制御中高炭素鋼板の異種・同種材料接合技術の開発」において「⑫複層アルミの合金設計、組織解析・制御技術の開発」および「⑬ヘテロ界面微細組織解析技術の構築」(2019年度～2020年度)として実施した。

(4)実施体制

実施体制としては、西神分室（(株)神戸製鋼所）が、材料特性向上のための材料設計指針(2014年度～2020年度)および製造技術確立のためのプロセス設計指針の導出(2014年度～2017年度)に取り組む。その材料設計指針導出のために必要な、微細組織評価技術の確立を京都大学に再委託して技術開発を進める（2014年度～2019年度）。

(5)運営管理

西神分室内或いは再委託先との間において、担当者間で定期的な会議（数ヶ月に1回程度の頻度で）を行い、目標に向けた進捗の管理、方向性の確認、技術内容の議論、方向性の確認を行い、効率的なテーマの推進を図ってきている。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2035年度）

本技術を適用できると考えられる部位は、自動車車体骨格部材である。骨格部材に使用されている鋼材の重量は、部品によって異なるが、主な部品は数～20kg程度であることから、アルミニウムに置き換えることによる軽量化効果を40%と見積もると、アルミ板材の重量は約12kg程度と想定される。国内の乗用車の生産台数は約450万台/年であり、そのうちの20%の車種に本技術が適用されると想定した場合、約1万t/年のアルミニウムの使用量の増大に繋がる。

また、CO₂排出量抑制効果は、燃費改善効果を0.52L/kg、燃料1kL当たりのCO₂削減量換算を2.6t/kLと仮定すると、約1.3万t/年のCO₂削減効果が将来的に見込まれる。さらに、海外の自動車のアルミ化適用部位にも本技術が適用されれば、本技術によるアルミニウムの使用量及びCO₂削減効果はさらに増大すると予想される。

2.4.3.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.4.3-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
複層合金設計、組織解析・制御技術の開発 (2014～2020年度)	成形前の伸び(20%以上)、平面ひずみ領域の破断限界ひずみ(0.15以上)、成形・熱処理後の0.2%耐力(700MPa以上)を可能とする材料設計指針の提示 (2020年度)	クラッド構成の制御及びプロセス条件の最適化により、最終目標達成した。	○	

複層合金製造技術の開発 (2014～2017年度)	ラボサンプルでの積層アルミ合金板の製造制御指針の提示 (2017年度)	開発合金を用いて、圧着圧延に必要な圧延条件を把握し、クラッド率変更量 20%、板厚変化 20%のプロセス条件を把握し、最終目標達成した。	○	
ヘテロ界面微細組織解析技術の構築 (2014～2019年度)	引張変形中の組織変化過程の放射光マイクロビームによる In-situ 1次元スキャン(変形中の動的測定位置の分解能 100 μm 以下) (2019年度)	引張変形過程での In-situ 2次元スキャン評価(100 μm 以下のステップ)に目処を得て、最終目標達成した。	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

複層合金設計、組織解析・制御技術の開発

小型の複層材サンプルにおいて、第1期(2014年度～2015年度)では伸びと強度のバランスを向上させるクラッド構成・組織コンセプトの検証を行い、第2期(2016年度～2017年度)ではクラッド構成(合金組成、組合せ)とプロセス条件(クラッド材の圧延、熱処理、時効処理)の最適化を図ることでさらなる伸びと強度のバランスの向上を進め、第3期(2018年度～2020年度)では機械的特性に加えてさらに部材特性(成形性)の向上及び溶接性へのクラッド構成・組織の影響についての検討を進め、既存合金よりも特性向上効果を確認した。これらの取り組みにより、最終目標を達成した。

複層合金製造技術の開発

第1期(2014年度～2015年度)で強度(クラッド比率)と板厚を自由に制御するフレキシブルテーラード材製造装置の設計・開発を行い。第2期(2016年度～2018年度)では、本装置を用いた模擬材料として純AlとAl-Mg合金の小型サンプルを用いて、オンラインでクラッド比率と板厚を制御して製造したフレキシブルテーラード材の試作に世界で初めて成功した。さらに、本テーマの開発合金の小型サンプルを用いて、フレキシブルテーラード材の試作に成功し、最終目標を達成した。本成果により、より実用的な広幅材への目途を得ることができた。

また、開発した複層合金の部品成形に関して、FEM解析を用いた成形性評価を行い、フロントサイドメンバーおよびBピラーを模擬した部品をシミュレーションにより、両部品とも開発合金にて成形可能であることが分かった。

ヘテロ界面微細組織解析技術の構築

第 1 期(2014 年度～2015 年度)では、最終目標である 5 μm 以下レベルの位置分解能による組織分布評価を目指すための放射光ビームラインの選定と試験測定を行い、比較的解析が容易である 2 元系合金の複層材において、20 μm のビームサイズでの蛍光分析と小角散乱測定を試料走査による同時計測を実現した。第 2 期(2016 年度～2017 年度)では、測定手法の定量化を検討し、モデル合金での相互拡散領域での小角散乱解析結果から得られる組織分布と硬度分布が対応することを示し、さらに静的計測において位置分解能を 5 μm 以下に向上させた。第 3 期(2018 年度～2019 年度)は、第 2 期までに開発したマイクロビーム走査 X 線小高角蛍光同時測定システムに小型引張試験装置を調整してマウントし、単層合金試験片によるその場引張試験によるその場計測システムの検証とデータ取得、計測条件のチューニングと各種データのモニターシステムの立ち上げを行った。それにより、マイクロビームによる X 線照射点を CCD で確認後、モニターにより試料のマクロな変形を画像で確認しながら照射位置を分解能 10 μm 以下の分解能で走査して小角散乱並びに高角回折強度を同時計測するその場測定システムを構築した。これらの取り組みにより、最終目標を達成した。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.4.3-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2014FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
2015FY	0	0	5	0	0	2	0	0	1
2016FY	0	0	4	0	0	1	0	1	1
2017FY	0	0	5	1	0	2	0	0	2
2018FY	1	0	1	0	0	2	0	0	1
2019FY	1	0	4	0	0	1	0	0	0
2020FY	1	0	1	0	0	0	0	0	0
合計	3	0	20	1	0	8	0	1	6

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.4.3-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2014FY	4	0	0
2015FY	3	0	2
2016FY	1	4	1
2017FY	1	2	0
2018FY	0	0	0
2019FY	0	0	0
2020FY	1	0	0
合計	10	6	3

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.4.3.3 参考文献

なし

2.5 研究開発項目⑤「革新的マグネシウム材の開発」

2.5.1 [テーマ番号15] マグネシウム合金設計と難燃性評価 (2013~2015年度)

[テーマ番号15] 難燃性マグネシウム合金の信頼性 (疲労・破壊・難燃性) 評価 (2016~2017年度)

2.5.1.1 テーマの概要

(1)背景と目的

マグネシウムは、実用金属の中で最も軽量であり、また優れた比強度を有することから、輸送機器のための新たな構造材料として注目されている。しかし、汎用のマグネシウム合金は発火温度が低く、特に、不燃・難燃特性の確保が必須である鉄道車両部品や航空機部品としての適用は困難とされてきた。近年、マグネシウム合金の発火温度を高める合金開発が進められ、その結果、汎用マグネシウム合金 (Mg-Al 系合金等) にカルシウムを添加し、発火温度を飛躍的に高めた「難燃性マグネシウム合金」が開発されている。本合金は、日本鉄道車両機械技術協会の車両材料燃焼試験において「不燃材」の認定も受けていることから、鉄道車両用部材への適用も、小型鋳造部品に関しては進みつつある。今後、難燃性マグネシウム合金を用いて輸送機器のさらなる軽量化を目指すためには、合金特性のさらなる高性能化 (強度・延性の改善、生産性の改善) を目指すと同時に、型材や板材を組み合わせる「大型構造体」を作り込むための要素技術を開発していく必要がある。

本研究開発では、難燃性マグネシウム合金の材料特性 (機械的特性、生産性) をさらに改善するための合金設計技術を開発することを目指す。また、開発した合金の信頼性 (疲労特性、発火特性、衝撃変形特性、耐食性) を系統的に明らかにし、データベース化 (一部標準化) することを目指す。さらに、開発された合金を用いて高速車両構体を設計するための指針を構築することを目指す。

(2)目標値

表 3-2.5.1-1 テーマ 15 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
① 易加工性マグネシウム合金材の開発 (2013~2017年度)	引張強度： 250MPa以上、伸び：15%以上、難燃性：AZX311以上、押出速度：AZ31以上の特性を示す押出材を作製するための合金設計技術を構築。	引張強度： 270MPa以上、伸び：20%以上、難燃性：AZX311以上、押出速度：A6N01以上の特性を示す押出材を作製するための合金設計技術を構築。		
② 高強度マグネシウム材の開発 (2013~2017年度)	引張強度： 350MPa以上、伸び：13%以上、難燃性：AZX311以上の押出材および圧延材を作製するための合金設計技術を構築。	引張強度： 360MPa以上、伸び：15%以上、難燃性：AZX311以上の押出材および圧延材を作製するための合金設計技術を構築。		
③ マグネシウム材の評価手法(難燃性・耐食性)の確立 (2013~2017年度)	Mg-Al-Ca-Mn系合金の発火特性、腐食特性の解明。	Mg-Al-Ca-Mn系合金の発火特性、腐食特性のデータベース構築・標準化。		
④ 難燃性マグネシウム合金の疲労特性及び衝撃変形特性データベースの構築 (2016~2017年度)		新たに開発した難燃性マグネシウム合金展伸材の疲労特性及び衝撃変形特性を取得し、データベースを作製する。		
⑤ 新難燃性マグネシウム合金部材の設計指針の構築 (2016~2017年度)		疲労試験により得た適用可能なマグネシウム材料のクライテリアにより、高速車両構体		

		断面を対象とした 気密疲労試験構体 の基本設計を行 う。		
--	--	---------------------------------------	--	--

(3)全体計画

研究開発項目①「易加工性マグネシウム材の開発」では、Mg-Al-(Zn)-Ca-Mn 系合金をベースとして、A6N01 合金に匹敵する機械的特性と押出し特性（易加工性マグネシウム材：引張強度：270MPa 以上、伸び：20%以上、難燃性：AZX311 以上、押出速度：A6N01 以上の特性）を有する展伸材を開発することを目標とし、そのための合金設計指針を構築した。研究開発項目②「高強度マグネシウム材の開発」では、A7N01 合金に匹敵する機械的特性（引張強度：360MPa 以上、伸び：15%以上、難燃性：AZX311 以上）を有する展伸材を開発することを目標とし、そのための合金設計指針を構築した。

研究開発項目③～④では、2015 年度までに開発した合金の信頼性（発火特性、疲労特性、衝撃変形特性、耐食性）に関するデータを系統的に測定し、開発した合金を用いて高速車両構体を設計するために必要なデータベースを構築した。研究開発項目③「マグネシウム材の評価手法の確立」では、開発合金の発火特性や耐食性を評価することを目的として、評価手法を確立する上において不可欠な知見（発火現象に及ぼす環境因子や組織的因子の抽出し、マグネシウム合金へのカルシウム添加が腐食現象に及ぼす影響）を明らかにした。研究開発項目④「難燃性マグネシウム合金の疲労特性及び衝撃変形特性データベースの構築」では、開発した合金（母材および継手）の疲労特性及び衝撃変形特性を各種変形モードで系統的に測定し、データベースを構築した。また、開発した合金の上記特性に及ぼす組織因子・構造因子の影響を解明した。

研究開発項目⑤「新難燃性マグネシウム合金部材の設計指針の構築」に関しては、鉄道車両構体を設計するに当たり適用可能なマグネシウム材料のクライテリアを主に、疲労特性から決定した。また、得られたクライテリアにより、高速車両構体断面を対象とした気密疲労試験構体の設計を行った。

(4)実施体制

本研究開発では、マグネシウムに関連する 8 つの分室が共同で難燃性マグネシウム合金展伸材を鉄道車両用部材（高速車両構体）に適用するための基礎技術を構築することを目指した。2015 年度までは、新規合金の開発・評価を主眼として、素材の開発を担当する「材料 WG」、難燃性マグネシウム合金の信頼性を改善・評価するための技術を開発する「接合 WG」、「耐食性 WG」、「発火特性 WG」を形成し、各 WG が連携して課題の解決を目指した。2016 年度以降は、2015 年度までに開発した合金を対象として、複雑形状部材の加工・製造技術を開発する「素形材加工技術 WG」、信頼性（疲労特性・破壊特性等）を系統的に明らかにする「信頼性評価・標準化 WG」、表面処理技術の構築や耐食性を系統的に明らかにする「表面処理 WG」、接合技術の構築を目指す「接合 WG」を構築し、研究開発を遂行した。

研究開発を推進するにあたっては、エンドユーザー（鉄道会社・車両メーカー）が低コストかつ安全に構体を製造するための技術や、マグネシウム合金を用いて構造体を設計するため技術等を統合的に構築していく必要がある。そのため、本研究開発では、エンドユーザーをオブザーバーとして招聘し、マグネシウム合金を利用して構造体を作製するための仕様について、アドバイスを受けつつ研究開発を推進した。

テーマ 15 に関しては、2015 年度までは、名古屋守山分室において易加工性マグネシウム材及び高強度マグネシウム材のための合金設計指針の導出を行った。長岡技術科学大学（鎌土）については、2016 年度以降は、テーマ 16 及びテーマ 18 の中で研究開発を継続実施した。

2016 年度以降は、名古屋守山分室と明石分室が共同で、新たに開発された合金の信頼性（疲労特性、衝撃破壊特性、難燃性）を系統的に調査するとともに、発火特性に関しては、標準化作業にデータを提供した。疲労特性については、長岡技術科学大学（宮下）と九州大学（野口）が新たに再委託先として参画し、衝撃変形特性については、神戸大学（向井）と物質・材料研究機構（染川）が新たに再委託先として参画した。明石分室では、新たに開発された合金を用いて高速車両構体を製造するための構体設計指針を構築した。以下、2013～2015 年度までの実施体制と、2016～2017 年度の実施体制をそれぞれ記す。

表 3-2.5.1-2 実施体制 (2013～2015 年度)

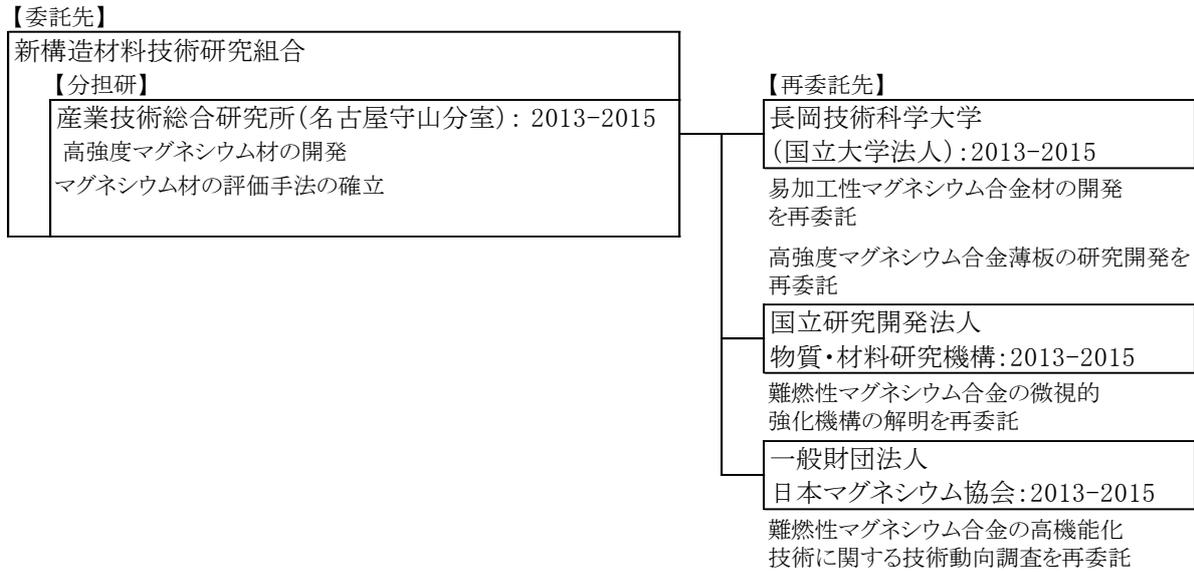
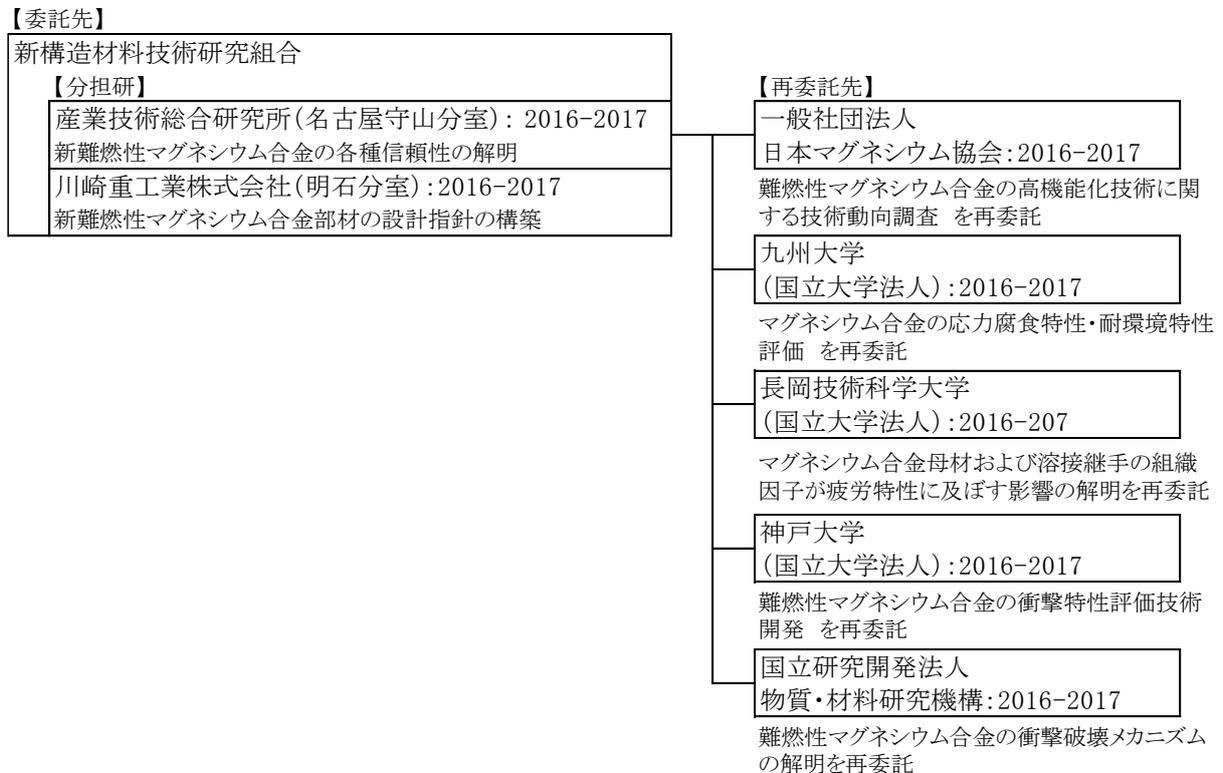


表 3-2.5.1-3 実施体制 (2016～2017 年度)



(5) 運営管理

テーマ 15～21 に従事する組合員が全員参加できる分科会を定期的で開催した。2013～2015 年度は、材料 WG、接合 WG、表面処理 WG の分科会を 3 ヶ月に 1 回開催した（発火特性 WG は不定期開催）。H28 年度以降は、素形材製造 WG、信頼性 WG、表面処理 WG、接合 WG の分科会を 3～4 ヶ月に 1 回開催し、各分室および再委託先の研究進捗を報告することにより、開発した合金を用いて高速車両構体を製造するための技術を共同で構築した。

2015 年以降は、プロジェクトの推進を加速するための会合（加速 WG）を上記分科会と同日に開催し、難燃性マグネシウム合金を用いて側パネル等のモックアップを製作するための打ち合わせや、信頼性データ（疲労特性、耐食性等）を系統的に取得するための打ち合わせを実施し、プロジェクトの推進を調整する場として機能している。

成果の発信に関しては、軽金属学会春期・秋期講演大会においてテーマセッション「難燃性マグネシウム合金展伸部材創製のための最新技術開発」を定期的（年 2 回）に開催し、プロジェクトの成果を発信している（2017 年 3 月までに計 6 回開催）。さらに、軽金属学会の会誌「軽金属」に特集号「難燃性マグネシウム合金展伸部材創製のための最新技術開発」を組み、プロジェクトの成果を論文および解説として公表している。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

新幹線のアルミニウム合金製車両構体をマグネシウム合金製車両構体に代替した場合の重量削減効果について、ヤング率を基準とした場合、20%程度の車両構体の軽量化を見込むことができるとの報告がある¹⁾。構体の軽量化は、CO₂排出量削減に寄与するばかりで無く、車両の高速化にも大きく寄与することが知られている。仮に、新幹線の車両質量を20%軽量化することができれば、それだけで10～20km/時の営業速度アップを見込むことができるとの試算がある²⁾。ゆえに、経済的観点からは車両構体の軽量化は大きな効果を見込むことができる。

なお、新幹線車両の年間生産台数は385台/年（2013年）であり、四輪車の年間生産台数（約1,000万台：2013年）の0.004%程度である^{3,4)}。また、動力として電気を利用していることを考慮すると、新幹線の重量減に伴うCO₂削減効果は、四輪車のそれと比較すると小さいものであると言える。

一方、新幹線のアルミニウム合金製車両構体をマグネシウム合金製車両構体に代替できた場合、マグネシウム展伸材の大きな需要増加を見込むことができる。例えば、車両構体（屋根・側構体、妻構体、台枠）に利用されるアルミニウム合金は1両当たり約5tである⁵⁾。上記部品を全てマグネシウムに置き換え、部品は同一形状であると仮定した場合、1両当たり約4tの需要が生まれることになる（Mg置換により車両重量が20%減少する場合）。車両製造が1年当たり400両と仮定すると（385両：2013年）³⁾、1600tの需要が生まれることになる。なお、国内におけるマグネシウム合金展伸材需要は約700t/年（2014年）であり⁶⁾、プロジェクトの成果により、仮に、側構体だけでもマグネシウム合金に置き換えることができれば、それだけで、国内の展伸材需要を倍増させることが可能となる。この様に、本プロジェクトの成果により、輸送機器構造部材にマグネシウム合金の適用を加速させることができれば、マグネシウム合金産業構造自体を変革させることが可能である。

2.5.1.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.5.1-4 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
① 易加工性マグネシウム合金材の開発 (2013～2017年度)	引張強度：270MPa以上、伸び：20%以上、難燃性：AZX311以上、押出速度：A6N01以上の特性を示す押出材を作製するための合金設計技術を構築。 (2017年度)	特定の組成の合金を押出速度 24m/min の高速で押出しすると、押出しまま材、T6 処理材とも目標値を上回る特性を示すことを試験片レベルで説明。	○	
② 高強度マグネシウム材の開発 (2013～2017年度)	引張強度：360MPa以上、伸び：15%以上、難燃性：AZX311以上の押出材および圧延材を作製するための合金設計技術を構築。 (2017年度)	特定の組成の合金を特定の条件で加工すると、上記の特性を満足する押出し材、圧延材を作製できることを試験片レベルで説明。	○	
③ マグネシウム材の評価手法(難燃性・耐食性)の確立 (2013～2017年度)	Mg-Al-Ca-Mn 系合金の発火特性、腐食特性のデータベース構築・標準化。 (2017年度)	発火特性に関しては、添加元素の濃度が発火特性に及ぼす影響をデータベース化し、発火試験の標準化作業に提供した。腐食特性については Ca 添加が腐食特性に及ぼすメカニズム（特に熱処理の影響）を明らかにした。	○	
④ 難燃性マグネシウム合金の疲労特性及び衝撃変形特性	新たに開発した難燃性マグネシウム合金展伸材の疲労特性及び衝撃変形	疲労特性については、複数の変形モードを対象として、開発した合金（母材・MIG 継手）の疲労特	○	

データベース の構築 (2016~2017 年度)	特性を取得し、 データベースを作 製する。 (2017 年度)	性の調査を実施。衝撃変 形特性については、特定 の合金を対象として、衝 撃変形特性や衝撃靱性の 取得を実施した。		
⑤ 新難燃性マグ ネシウム合金 部材の設計指 針の構築 (2016-2017)	疲労試験により得 た適用可能なマグ ネシウム材料のク ライテリアによ り、高速車両構体 断面を対象とした 気密疲労試験構体 の基本設計を行 う。 (2017 年度)	シェル要素による構体輪 切り 3 次元 FEM モデル を作成し、気密荷重負荷 時の静強度解析と座屈固 有値解析を行い、最大荷 重（内圧 6.4 kPa）負荷 時に塑性変形や座屈変形 が生じないことを確認し た。また、上記輪切りモ デルを車両長手方向に つなげた一両モデルに より、構体曲げ剛性を 検証し、形状を最適化 した。	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

[テーマ番号 15] マグネシウム合金設計と難燃性評価 (2013~2015 年度)

(1) 易加工性マグネシウム合金材の開発 (再委託：長岡技術科学大学)

Mg-Al-Ca-Mn 系希薄合金の一層の押し出し性の向上を目的として、本系合金の押し出し性に及ぼす押し出し加工前の熱処理条件の影響を調べた。同時に、本系合金押し出し材のミクロ組織および機械的性質に及ぼす Al 添加量の影響を評価し、良好な機械的性質が得られる Al の最適添加量について検討した。はじめに、当該合金の押し出し性に及ぼす均質化処理方法の影響を調査した。その結果、適切な均質化処理を施すことにより最大荷重が小さくなり、表面割れの程度も軽減することを明らかにした。次に、Al 添加量の最適化を実施し、適度に Al を添加することで高い時効硬化と強い底面集合組織を得られることを明らかにした。上記の知見をベースとして最適な合金を抽出し、抽出した合金が優れた押し出し特性(押し出し速度：60m/min.)と A6N01 アルミニウム合金(T6)材に匹敵する機械的特性(0.2%耐力:280MPa)を兼備することを確認した(図 3-2.5.1-1)。

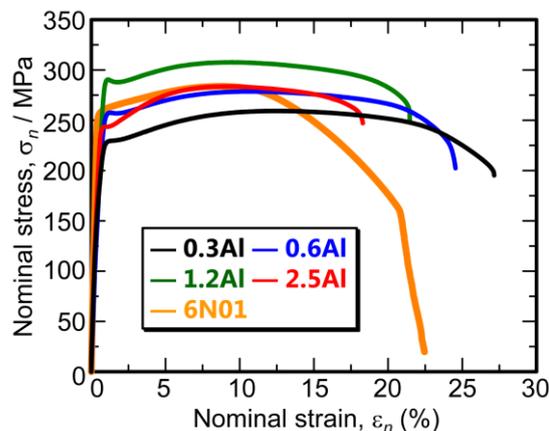


図 3-2.5.1-1 検討合金 T6 処理材の引張応力-ひずみ曲線(Mg-XAl-0.2Ca-0.2Mn 合金[at%], X 濃度は図中に記載。黄色は A6N01 アルミ合金)

(2) 高強度マグネシウム合金型材の研究開発 (産業技術総合研究所)

高い固溶強化や析出強化を見込める、高濃度の Al を添加した難燃性 Mg 合金を対象として、主要添加元素 (Al, Zn, Ca) と微量添加元素 (Mn) の濃度が、押し出し材の機械的特性に及ぼす影響を調査した。Zn 添加濃度の影響を 0~3% (以下 mass%) の範囲内で調査した結果 (他の元素は基準合金 (Mg-9Al-0.7Zn-2Ca-0.2Mn) と同じ濃度)、Zn 濃度を 1%以上に設定すると延性が劣化することを明らかにした(図 3-2.5.1-2)。Al 添加濃度の影響を 6~12%の範囲内で調査した結果 (他の元素は基準合金と同じ濃度)、10%までは Al 濃度の増加とともに強度が向上するが、それ以上の添加は強度向上に有効に寄与しないことを明らかにし

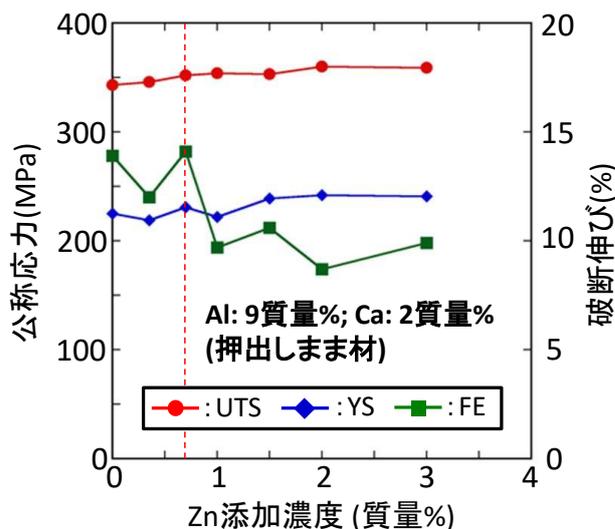


図 3-2.5.1-2 Mg-9Al-2Ca (質量%)合金押し出し材の引張特性に及ぼす Zn 添加濃度の影響

た。また、Al 濃度を 9%に設定すると高い強度と延性のバランスが発現することが分かった。Ca 添加濃度の影響を 0~3%の範囲内で調査した結果（他の元素は基準合金と同じ濃度）、Ca 濃度を 1.5%未満もしくは 2.5%以上にすると、延性が劣化することを明らかにした。Mn 添加濃度の影響を 0~0.6%の範囲で調査した結果（他の元素は基準合金と同じ濃度）、過度な Mn の添加は耐力の低下をもたらすことを明らかにした。以上の結果から、高強度と高延性を同時に達成するための好適な合金組成として基準合金の組成を導出した。

(3) 高強度マグネシウム合金薄板の研究開発（再委託：長岡技術科学大学）

Al 添加量の大きく異なる Mg-Al-Ca-Mn 系合金に圧延加工を施し、圧延加工後の時効硬化特性や機械的性質に及ぼす Al 添加量の影響を調べた。具体的には、Al を 0.7 もしくは 9.0 at.%、Ca および Mn をそれぞれ 0.6 および 0.15 at.%添加した合金（以下 0.7Al 合金、9.0Al 合金）を対象とした。検討合金の圧延まま材の機械的特性を調査した結果、0.7Al 合金は、仕上げ圧延温度 300° C の場合、0.2 %耐力 268MPa の高い強度特性を示すが、仕上げ圧延温度を低く設定すると延性は大きく低下することを確認した。一方、9.0Al 合金の場合、仕上げ圧延温度を低く設定しても、10 %程度の延性を維持しつつ、350 MPa の引張強さと 295 MPa の高い 0.2 %耐力を得られることを明らかにした。さらに、検討合金の溶体化処理材およびピーク時効材の機械的特性を調査した結果、両合金とも溶体化処理を施すことで、20 %以上の延性が得られることを確認した。また、0.7Al 合金の場合、時効処理を施しても、25 %程度の高延性を維持したまま、0.2 %耐力は 80 MPa も向上することを明らかにした。一方、9.0Al 合金の時効処理に伴う 0.2 %耐力の強化量は 60 MPa と、0.7Al 合金よりも低く、さらに、延性は溶体化処理材の 1/2 以下にまで低下することを確認した（図 3-2.5.1-3）。

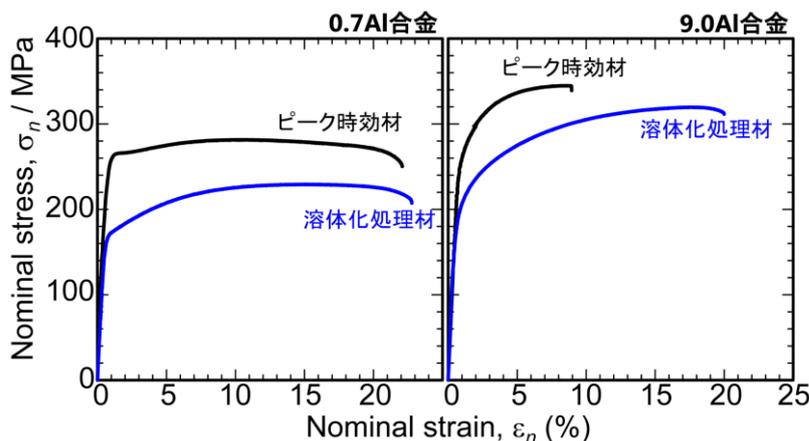


図 3-2.5.1-3 300℃で仕上げ圧延を施した検討合金溶体化処理材およびピーク時効材の引張応力-ひずみ曲線

(4) 高強度マグネシウム合金中板・厚板の研究開発（産業技術総合研究所）

高強度難燃性 Mg 合金(基準合金：Mg-10Al-1Ca 合金(mass %))を対象として、主要添加元素（Al、Zn、Ca）の濃度が、圧延材の機械的性質に及ぼす影響を調査した。

2013 年度は 5 種類の合金(Mg-10Al-1Ca、Mg-8Al-1Ca、Mg-6Al-1Ca、Mg-8Al-1Zn-1Ca、Mg-6Al-1Zn-1Ca)の機械的特性を評価した。2014 年度は、さらに 5 種類の合金(Mg-7Al-1Ca、Mg-9Al-1Ca、Mg-8Al-1.5Zn-1Ca、Mg-8Al-2.5Zn-1Ca、Mg-8Al-2Ca)を作製し、機械的特性を評価した。一連の調査の結果、Al 添加量に関しては、Ca 添加量を 1%に固定した場合、Al 添加量を 8%に設定すると高い強度と延性のバランスが得られることが分かった。Zn 添加量に関しては、Al 添加量を 8%、Ca 添加量を 1%に固定した場合、Zn 添加量を 1%に設定すると破断伸びを劣化させずに強度を向上できることが分かった。Ca 添加量に関しては、Al 添加量を 8%に固定した場合、Ca 添加量を 2%に設定すると強度および伸びの両方が劣化することを確認した。以上の結果より、特定の圧延条件で作製された板に関して、最も高い強度と延性のバランスが得られる合金組成として Mg-8Al-1Zn-1Ca を抽出した (図 3-2.5.1-4)。Mg-8Al-1Zn-1Ca の機械的特性に及ぼす圧延温度の影響を調査した結果、特定の条件で高い機械的特性のバランス (引張強度 348MPa, 伸び 13%) が得られた。

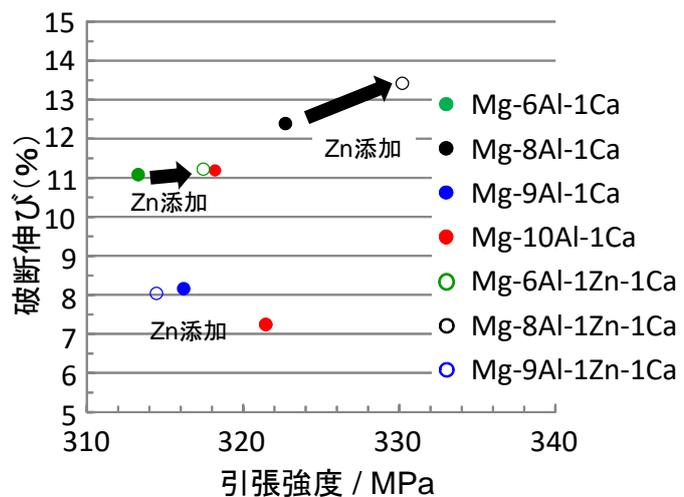


図 3-2.5.1-4 各種 Mg 合金の引張り特性に及ぼす Al 添加濃度、Zn 添加濃度の影響

(5) 難燃性マグネシウム合金の微視的強化機構の解明 (再委託：物質・科学研究機構)

高強度難燃性合金の元となる AZ91 合金は時効硬化するので、高強度難燃性合金そのものも析出強化により強化できる可能性がある。しかし、Ca を添加した AZ91 合金においては、時効析出に関する研究が殆ど行われておらず、時効硬化挙動そのものに関する基礎的なデータが存在しなかった。このことから、2013 年度までに、Ca 添加型 AZ91 合金の時効特性に関する調査を行い、1mass%の Ca を添加した AZ91 合金において最も優れた時効特性を示す事を見出した。2014 年度は、その結果を元に、展伸合金を作製し、析出強化による強化の可能性について検討し、さらに、AZ91 合金に立ち返り、微量元素の添加による時効硬化能の向上を試みた。その結果、(1) 既存の

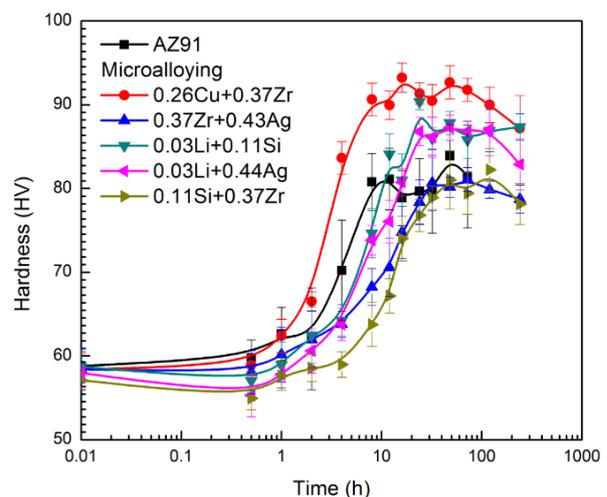


図 3-2.5.1-5 種々の元素を複合添加した AZ91 合金の時効硬化曲線

AZ91 合金、および Ca 添加した AZ91 合金は、押出加工後の溶体化処理と時効処理なる T6 処理により、押出まま材を上回る強度を付与することは困難であること、(2) T6 処理により押出まま材を上回る強度を付与するためには、時効析出物をさらに微細化する必要があること、(3) AZ91 合金鋳造材に関しては、時効析出物を微細化するには Cu と Zr の複合添加が有効であること (図 3-2.5.1-5)、を明らかにした。

(6) 難燃性マグネシウム合金の高機能化技術に関する技術動向調査 (再委託：日本マグネシウム協会)

国内外で開催されるセミナーや学会等への参加や、関連企業へのヒアリング調査により、国内外における難燃性マグネシウム合金の輸送機器分野への適用状況や適用可能性に関する情報収集を行った。国内においては、軽金属学会及び先端 Mg 合金研究会において、難燃性マグネシウム合金をはじめとするマグネシウム合金の研究開発の動向について調査を行った。また、鉄道車両部材への適用可能性を調査するために企業ヒアリング調査を行った。さらに、本事業に関わる会合及び調査に、当会の特別支援者らを派遣し、開発される材料の実用化に向けた助言等を行った。国外においては、ドイツのミュンヘンおよび中国の成都で開催された国際会議に出席し、マグネシウム材料の実用化や研究開発の動向について調査を行った。また、海外の企業視察を行った。一連の調査の結果、高い難燃性を有するマグネシウム合金に関する研究開発が日本、中国、韓国のアジア地域を中心に進んでいるが、まだ実用化されるケースが少ないことが分かった。また、難燃性マグネシウム合金を構造材料として普及させるためには、加工技術や評価方法等を早期に確立する必要があることが分かった。

(7) マグネシウム材の評価手法 (難燃性) の確立 (産業技術総合研究所)

Ca 濃度を変化させた AM60 系合金と AZ91 系合金について、DTA を用いた発火試験 (昇温速度：1~100°C/min) を実施した。Ca 添加量と発火温度の関係について纏めた結果、2%までは Ca 添加量の増大に伴って発火温度は効果的に上昇することを明らかにした (実験結果の一部を図 3-2.5.1-6 に示す)。また、AZ91 系合金の方が AM60 系合金よりも総じて発火温度が高く、Al 添加量も発火温度に影響することを明らかにした。次に、AZ91、AM60、AZX912、AMX602 の 4 合金を対象として、高速昇温型 DTA 装置を用いた発火試験を実施し、100~1000°C/min の高速昇温が発火特性に及ぼす影響を調査した。その結果、AZ91、AM60 合金についてはいずれの昇温速度においても昇温速度の上昇と共に発火温度が上昇することを確認した。これに対し、Ca を添加した AZX912、AMX602 合金においては、昇温速度の上昇に伴う発火温度の上昇は 100°C/min 付近で飽和することを確認した。さらに、Ca 添加が発火メカニズムに及ぼす影響を明らかにするために、AM60、AMX602 合金の加熱後の試料表面について EPMA による表面分析を実施した。固相線温度直下まで加熱した試料では、両合金ともに厚さ 2~3 μm の酸化層がみられた。AMX602 合金においては、酸化層に Ca の濃化相が存在することを確認した。

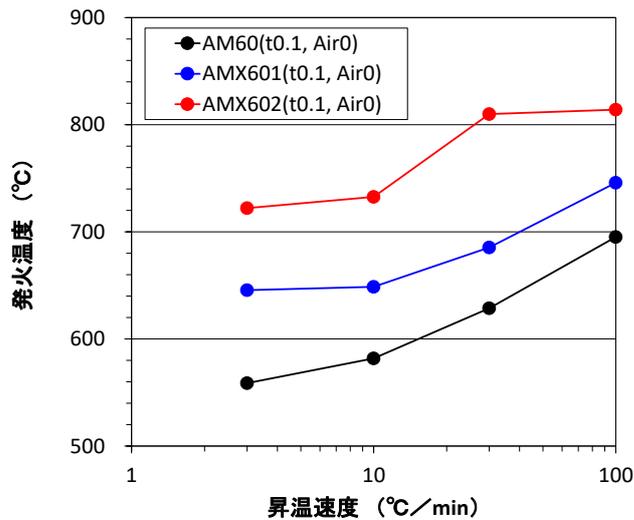


図 3-2.5.1-6 Ca 量の異なる 3 種の合金における、発火温度の昇温速度に対するプロット。試料厚み 0.1mm、空気流量を 0 とした場合。

(8) 難燃性 Mg 合金の腐食メカニズムの解明（産業技術総合研究所）

Mg-6Al-1Zn-2Ca 合金（質量%：以後 AZX612）、Mg-6Al-1Zn 合金（質量%：以後 AZ61 合金） 鋳造材・押出材の腐食特性及び応力腐食特性を溶体化処理前後で比較し、カルシウムの添加や組織の差異が上記特性に及ぼす影響を調査した。塩水（5mass%NaCl）浸漬試験により腐食特性を評価した結果、溶体化処理に伴い AZX612, AZ61 押出材・鋳造材の全ての試料においても耐食性が向上することを確認した。溶体化処理後の試料の腐食速度はいずれの試料も同じオーダーであった。溶体化処理前後の試料の組織を評価した結果、特に AZX612 鋳造材・押出材、AZ61 鋳造材において、晶出相（ Al_2Ca 相、 $Mg_{17}Al_{12}$ 相）や Al 濃化相のサイズ・面積が縮小していることが確認された。また、試験後の試験片外観から、溶体化処理により孔食の頻度・深さが低減していることが分かった。このことから、溶体化処理により晶出物や Al 濃化相を母相に固溶させると、孔食サイトが減少し、耐食性が向上することが示唆された。次に、0.01 M NaCl 環境下で定歪み速度引張試験を行い、AZX612, AZ61 押出材の応力腐食特性を評価した。その結果、AZX612 押出材は AZ61 押出材よりも低い破断伸びを示した。なお、AZX612 押出材に関しては、溶体化処理に伴い延性が改善することが確認され、塩水浸漬試験と同様に、溶体化処理に伴う孔食サイトの減少が延性の劣化を抑制するのに有効であることが示唆された。

**[テーマ番号15] 難燃性マグネシウム合金の信頼性(疲労・破壊・難燃性)評価
(2016~2017年度)**

① 易加工性マグネシウム合金材の開発【(再委託)長岡技術科学大学】(テーマ16にて実施)

2016年度以降は、2015年度までに開発した合金をベースとして、Mg-Al-Ca-Mn系希薄合金の一層の押出し性の向上を目的として、本系合金の押出し性に及ぼす押出し加工前の熱処理条件の影響を調べた。同時に、本系合金押出し材のミクロ組織および機械的性質に及ぼすAl添加量の影響を評価し、良好な機械的性質が得られるAlの最適添加量について検討した。はじめに、当該合金の押出し性に及ぼす均質化処理方法の影響を調査した。その結果、適切な均質化処理を施すことにより最大荷重が小さくなり、表面割れの程度も軽減することを明らかにした。次に、Al添加量の最適化を実施し、適度にAlを添加することで高い時効硬化と強い底面集合組織を得られることを明らかにした。上記の知見をベースとして最適な合金を抽出し、抽出した合金が優れた押出し特性(押出し速度:60m/min.)とA6N01アルミニウム合金(T6)材に匹敵する機械的特性(0.2%耐力:280MPa)を兼備することを試験片レベルで確認した。

② 高強度マグネシウム材の開発【産業技術総合研究所】

2016年度以降は、押出し材に関しては、2015年度までに開発した合金(Mg-9mass%Zn系合金)をベースとして、高濃度のAlを添加した難燃性Mg合金(Al添加濃度約9mass%)を対象として、主要添加元素(Al, Zn, Ca)と微量添加元素(Mn)の濃度が、押出材の機械的特性に及ぼす影響を調査した。Zn添加濃度の影響を0~3%(以下mass%)の範囲内で調査した結果、Zn濃度を1%以上に設定すると延性が劣化することを明らかにした。Al添加濃度の影響を6~12%の範囲内で調査した結果、10%まではAl濃度の増加とともに強度が向上するが、それ以上の添加は強度向上に有効に寄与しないことを明らかにした。Ca添加濃度の影響を0~3%の範囲内で調査した結果(他の元素は基準合金と同じ濃度)、Ca濃度を2.5%以上にすると、延性が劣化することを明らかにした。Mn添加濃度の影響を0~0.6%の範囲で調査した結果(他の元素は基準合金と同じ濃度)、過度なMnの添加は耐力の低下をもたらすことを明らかにした。以上の結果より、高強度と高延性を同時に達成するための好適な合金組成を抽出し、試験片レベルで引張り強度367MPa、伸び17%が得られることを確認した。圧延材(薄板・厚板)に関しても、2017年度目標値の特性を有する板材を試験片レベルで達成するための合金設計指針を提示することに成功した。

③ マグネシウム材の評価手法(難燃性・耐食性)の確立

③ -1 難燃性及び耐食性の評価【産業技術総合研究所】

発火特性に関しては、これまでに開発した難燃性マグネシウム合金(AX41(押出材)、AX92(押出材)、AX81(G)(圧延材)、AX81(S)(圧延材))および従来の難燃性マグネシウム合金の発火温度を熱分析装置(DTA)を用いて測定した。その結果のまとめを図3-2.5.1-7に示す(試料形状:厚み0.1mm、昇温速度:10°C/min.)。横軸は試料のカルシウム濃度を示しており、カルシウム濃度の増加とともに、ほぼ線形的に発火温

度が上昇していくことが確認できる。このように、一連の発火温度測定結果より、カルシウム濃度の大小が発火温度に支配的な影響を及ぼすことが確認できた。

なお、上記の発火温度に関するデータは、JIS H 0544:2017「マグネシウム合金の燃焼試験方法」において、マグネシウム合金の発火特性を評価するためのデータとして利用されている。

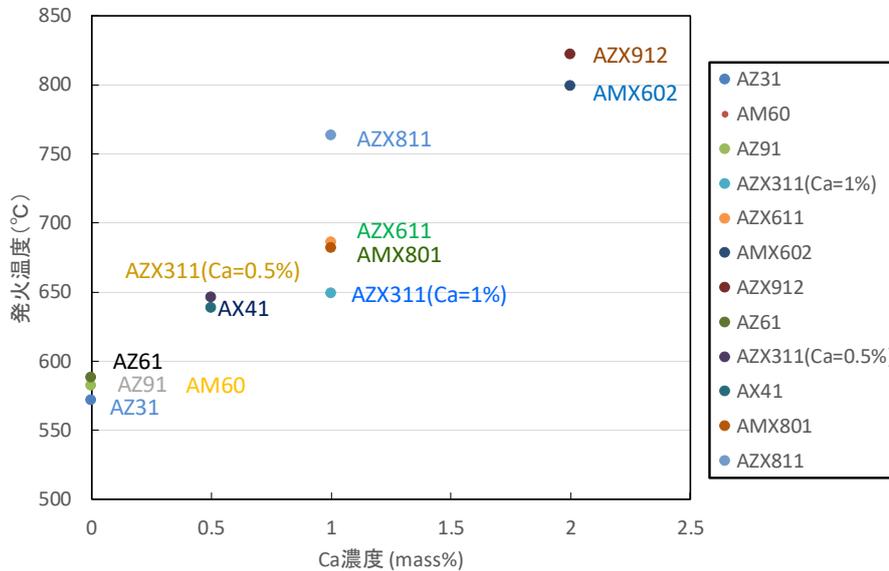


図 3-2.5.1-7 各種マグネシウム合金の発火温度とカルシウム濃度の関係

発火温度の測定と並行して、これまでに開発した合金（AX41(押出材)、AX92（押出材）、AX81(G)（圧延材）、AX81(S)（圧延材））の粉じん爆発特性（下限界濃度）を吹上式粉じん爆発試験器を用いて測定し、昨年度測定した汎用難燃性マグネシウム合金(AZX611 合金)と比較材(A6N01 アルミニウム合金)の値と比較した。評価に際しては、大型構造部材を作製する際に生じる切粉を想定し、ディスクグラインダーで試料を面削する際に生じる粉を用いた。その結果、難燃性マグネシウム合金の下限界濃度は、カルシウム濃度の大小よりも粉末粒度に強く影響を受け、粉末粒度の減少とともに、下限界濃度が下がることが明らかとなった。

耐食性に関しては、難燃性マグネシウム合金の耐食性に及ぼす熱処理の影響を調査し、溶体化処理に伴い AZX612, AZ61 押出材・鋳造材の全ての試料においても耐食性が向上することを確認した。また、組織観察と腐食試験結果を照合した結果、溶体化処理により晶出物や Al 濃化相を母相に固溶させると、孔食サイトが減少し、耐食性が向上することが明らかとなった。応力腐食特性に関しては、0.01 M NaCl 環境下で定歪み速度引張試験を行い、AZX612, AZ61 押出材の応力腐食特性を評価した。その結果、AZX612 押出材は AZ61 押出材よりも低い破断伸びを示した。なお AZX612 押出材に関しては、溶体化処理に伴い延性が改善することが確認され、塩水浸漬試験と同様に、溶体化処理に伴う孔食サイトの減少が延性の劣化を抑制するのに有効であることが示唆された。

③-2 標準化に関する技術動向調査【(再委託) 日本マグネシウム協会】

国内外における難燃性マグネシウム合金等の市場動向・研究動向を調査し、本事業において開発される難燃性マグネシウム合金や評価手法を標準化するための課題や問題点を抽出した。国外に関しては国際会議への参加及び二輪車メーカーや自動車メーカーの視察を行い、市場動向、開発動向等の最新情報を入手した。国内に関しては、セミナーや学会等により最新の研究開発動向の調査と、鉄道関連企業の視察を実施した。一連の調査結果より、本事業で開発される材料や評価手法を標準化するための課題や対応策として、表 3-2.5.1-5 に示す通り、以下の 5 つの項目を抽出することができた。(1)開発合金による押出材、板材の規定、(2)溶接用材料の規定、(3)耐食性評価のための促進試験の策定、(4)疲労や破壊に関する試験方法の策定、(5)燃焼性に関する判断標準の策定。また、今回の調査の結果、加工技術や評価手法の標準化に関しては、合金種への対応、メカニズムの解析、データの蓄積・整備などの課題解決が必要な状況であること、また、需要先に存在する規定等への対応も必要になることが分かった。

表 3-2.5.1-5 標準化すべき項目と課題・対応

分類	標準化する事項	課題・対応
材料	開発合金による押出材、板材の規定 (合金成分、機械的特性など)	課題：開発合金のため実用化の実績が少ない。 対応：展伸材のJISに規定を追加する。日本マグネシウム協会にて対応している。
接合	溶接用の棒・ワイヤーの規定 使用先に合わせた作業基準の策定	課題：実用化の実績が少なくデータ不足。 対応：マグネシウム合金の棒、線の規格については、日本マグネシウム協会にて対応する。溶接用の材料については、軽金属溶接協会との協力が必要。
耐食性	マグネシウム用の促進試験の策定	課題：暴露試験との相関が取れる手法の開発。 対応：マグネシウム専用の規格の場合は日本マグネシウム協会にて対応。需要先に規定があれば需要先のととの対応が必要。
信頼性	疲労や破壊に関するマグネシウム用の試験方法の策定	課題：メカニズムの解明、データの不足など。 対応：マグネシウム専用の規格の場合は日本マグネシウム協会にて対応。需要先に規定があれば需要先のととの対応が必要。
燃焼性	材料または製品についての燃焼性の判断基準の策定	課題：形状や条件による燃焼度合いの違い。材料側と需要側での考え方の違い。 対応：マグネシウム合金用の規格は日本マグネシウム協会にて対応している。需要先に規定があれば需要先のととの対応が必要。

④難燃性マグネシウム合金の疲労特性及び衝撃変形特性データベースの構築

④-1 疲労特性データベースの構築【産業技術総合研究所】

既存合金(AZX611 (押出材))及び新たに開発した合金(AX41 (押出材)、AX92 (押出材)、AX81(G) (圧延材)、AX81(S) (圧延材))の疲労特性を回転曲げ疲労試験、平面曲げ疲労試験、軸疲労試験により評価した。

回転曲げ疲労試験に関しては、AZX611, AX41, AX92, AX81(G)の母材を対象として、高速車両構体がトンネル内を走行する時に付加される気密疲労条件に近い応力比 $R=-1$ (両振り) で疲労特性 (繰返し数: 10^7 回) を評価した。AZX611 に関しては、押出比の異なる試料の疲労特性を評価した。0°材(試験片長手方向と加工方向が平行)の疲労特性を評価した結果、疲労強度に及ぼす加工比の影響は比較的少

ないことが確認された。また、他の合金に関しては 0°材と 90°材(試験片長手方向と加工方向が垂直)の特性を評価した。その結果、開発合金の疲労強度は下図(図 3-2.5.1-8)に示す通り、AX41 の疲労強度は 0° 材で約 140 MPa、90° 材で約 100 MPa であり、AX92 の疲労強度は 0° 材で約 140 MPa、90° 材で約 145 MPa であり、AX81(G)の疲労強度は 0° 材で約 130 MPa、90° 材で約 100 MPa であった。なお、AZX611 材の 0° の疲労強度は 100~140MPa であり、開発合金は AZX611 とほぼ同等もしくは高い値を示すことを明かにした。

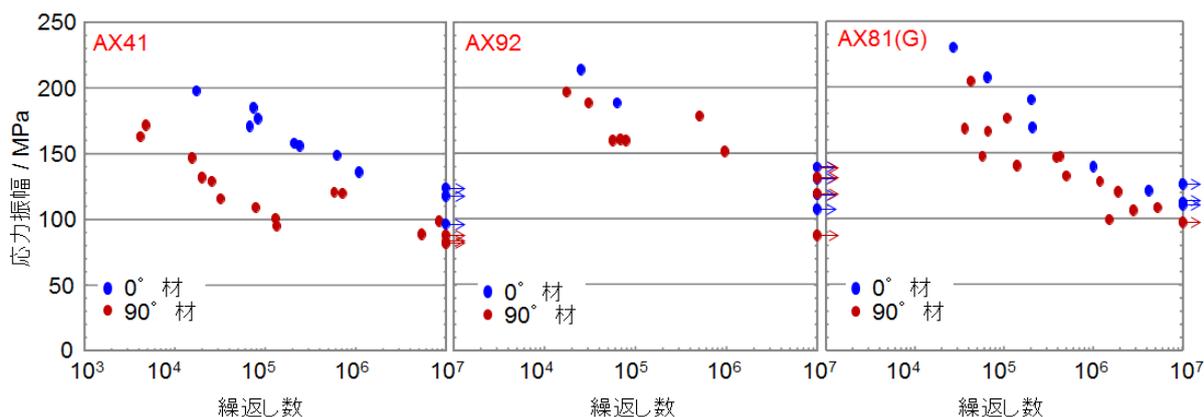


図 3-2.5.1-8 AX41(厚み 20 mm)押出材, AX92(厚み 14 mm)押出材, AX81(G)(厚み 14 mm)圧延材の回転曲げ疲労試験より得られた S-N 線図

平面曲げ疲労試験に関しては、テーマ 15~20 の分室において、新たに開発した難燃性マグネシウム合金(AX41 (押出材)、AX92 (押出材)、AX81(G) (圧延材)、AX81(S) (圧延材))の、MIG 溶接継手に加えて、TIG 溶接継手および FSW 継手の疲労特性を平面曲げ疲労試験により共同で評価した。AX41 は三協立山・長岡技科大、AX92 は産総研、AX81(G)は権田金属、AX81(S)は住友電工がそれぞれ担当した。試験条件は、応力比を-1 及び 0、繰返し数を 20Hz とした。また、TIG 材に関しては、試験片の表面を両面とも研磨した試験片と、片面(裏面)のみ研磨した試料を作成し、特性を評価した。FSW に関しては、両面とも研磨した試料と、両面とも研磨しない試料を作製し、特性を評価した。

疲労限は繰返し数 10^7 回で破断しなかった時の応力振幅の値とした。以下、産総研で評価した AX92 の代表的な結果を紹介する。

図 3-2.5.1-9 は、TIG 溶接継手(両面研磨あり)の疲労特性を評価した結果である。TIG 溶接材の疲労限は応力比が-1 の条件において 47 MPa、応力比が 0 の条件において 30 MPa であった。この結果は図 3-2.5.1-9 に示す通り、母材(0°、90°)に加え、MIG 溶接材の疲労限(応力比-1 で 74MPa、0 で 58MPa)よりも低い値であった。TIG 溶接材と MIG 溶接材の破壊は試験片中央部付近(溶接部)で生じており、TIG 溶接材と MIG 溶接材の疲労限の違いは、溶接部のマイクロ組織(結晶粒径、第二相粒子、溶接欠陥等)の違いに起因すると考えられる。

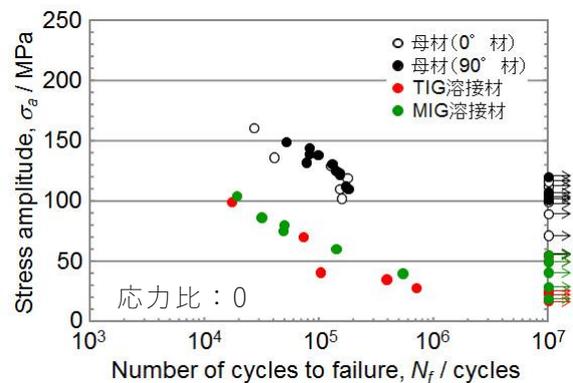
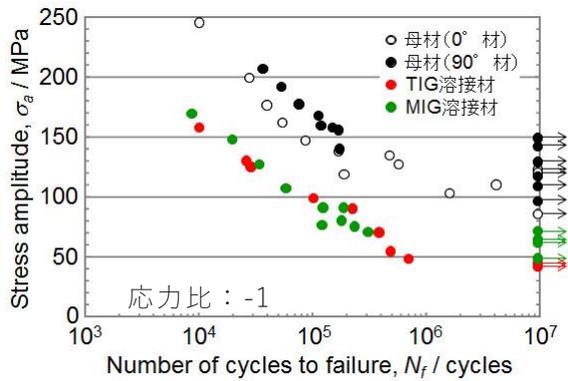


図 3-2.5.1-9 試験片両面を研磨した AX92 TIG 溶接継手、MIG 溶接継手の平面曲げ疲労試験より得られた S-N 線図（比較のため母材の結果も記載）

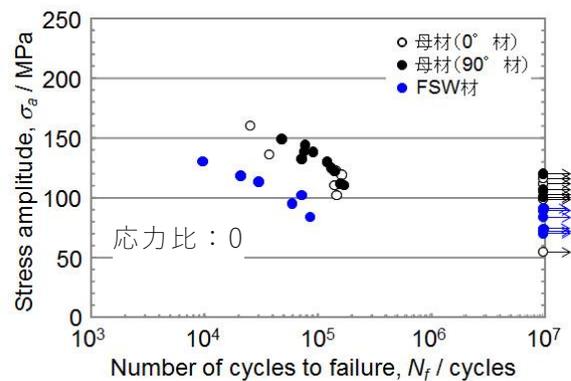
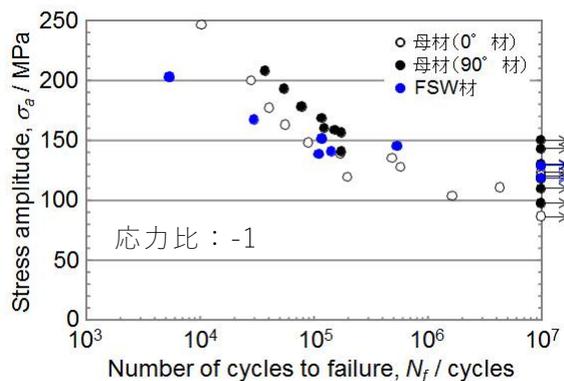


図 3-2.5.1-10 AX92 FSW 材（試験片両面を研磨した試料）の平面曲げ疲労試験より得られた S-N 線図（比較のため母材の結果も記載）

次に、FSW 材の（両面研磨あり）結果を図 3-2.5.1-10 に示す。FSW 材の疲労限は、応力比が-1 の条件において 130MPa、応力比が 0 の条件において 94MPa であった。この結果は母材の疲労限よりも低い、TIG 溶接材および MIG 溶接材の疲労限よりも高い値であった。これは FSW 材の組織が塑性加工材に相当する組織を有するとともに、溶接欠陥が少ないことに起因すると考えられる。

④ -2 マグネシウム合金母材及び溶接継手の組織因子が疲労特性に及ぼす影響調査

【（再委託）長岡技術科学大学】

疲労特性データベースの構築と並行して、マグネシウム合金母材および溶接継手の組織因子および構造因子が疲労特性に及ぼす影響を調査した。

組織因子に関する調査では、下限界応力拡大係数と溶接プロセスの関係について、き裂開口モデルにより検討した。ここでは、T110A 材の溶接部から切出した小型試験片による引張試験の結果を用いて、溶接材のき裂開口応力比 σ_{op}/σ_{max} がとり得る値の範囲を検討した。T110A 材の ΔK_{th} 時の最大応力 $\sigma_{max} = 17.2\text{MPa}$ に対する σ_{op}/σ_{max} と降伏応力 σ_y の関係を図 3-2.3.1-5 中に破線で示す。 σ_{op}/σ_{max} は、この2つの破線と T110A 材および LD 材の σ_y の線で囲まれた範囲内の値をとると考えられる。図 3-2.5.1-11 から、T110A 材、T130A 材および MIG 材の実験値のプロットは、LD 材と T110A 材の σ_B および σ_y から予測した σ_{op}/σ_{max} の値がとり得る範囲内におおよそ位置している。言い換えると、適切な溶接条件の範囲では、図 3-2.5.1-11 に示した範囲内で溶接材の下限界応力拡大係数は変化すると考えられる。疲労亀裂伝播曲線を有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} で整理した結果より、有効下限界応力拡大係数範囲 $\Delta K_{eff,th}$ の値が求められるため、き裂開口モデルに基づく計算により σ_{op}/σ_{max} を見積もることで、 ΔK_{th} を推測できる。

以上の結果より、破壊原因の寸法（母材の場合は晶出物、溶接材の場合は溶接欠陥）、有効下限界応力拡大係数範囲、機械的性質（引張強度、降伏応力）のデータによって、母材および溶接材の疲労強度を評価できることが明らかとなった。

また、新規に開発した3種類の Mg-Al-Ca 系合金の疲労強度特性を一軸疲労試験により調査した。その結果、Al 添加量の多い順と等しく、AX92、AX81、AX41 の順に低い疲労強度を示した。AX41 および AX92 は、LD 材の方が TD 材よりもやや高い疲労強度を示したが、AX81 は疲労強度に異方性がほとんど認められなかった。AX92 は晶出物、AX81 は晶出物や欠陥が疲労破壊起点部に認められたが、AX41 の疲労破壊起点部に晶出物は認められなかった。AX92 については、疲労破壊起点となった晶出物の大きさと疲労き裂伝ば試験により得られた下限界応力拡大係数により、破壊力学的に疲労強度を整理することが可能であった。他方、AX41 については、き裂伝ば試験により得られた下限界応力拡大係数から推定される、疲労破壊起点となり得る晶出物の最小寸法よりも、極値統計により推定した晶出物の最大寸法の方が小さかったことから、実験結果の妥当性を破壊力学的に確認することができた。

④-3 マグネシウム合金母材及び溶接継手の構造因子が疲労特性に及ぼす影響調査【(再委託) 九州大学】

マグネシウム合金溶接継手の構造因子が疲労特性に及ぼす影響を破壊力学的検討により解明することを課題とした。2017 年度は、これまでに開発してきた評価手法と、

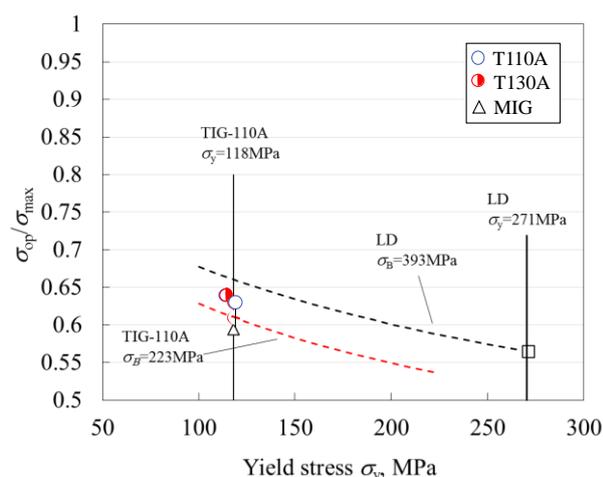


図 3-2.5.1-11 き裂開口モデルによる σ_{op}/σ_{max} の予測 ($\sigma_{max}=17.2\text{MPa}$)

プロジェクトで取得した難燃性マグネシウム合金（開発合金）の疲労データを用いて、疲労強度を実際に予測・評価を行った。

本手法は、材料に含まれる晶出物（主に Al_2Ca 相）の大きさより危険体積中に存在する最大の非金属介在物の寸法を読み取る操作と、下式より導出される破壊力学特性から求められる疲労限度値から疲労強度を予測するものである。

$$\Delta K_{th} = 3.3 \times 10^{-3} \left(HV + 120 \frac{E_{Mg}}{E_{steel}} \right) (\sqrt{area})^{1/3}, \quad K_{I max} \cong 0.650 (2\sigma_w) \sqrt{\pi \sqrt{area}}$$

ここで、 ΔK_{th} は下限界応力拡大径数幅 [$MPa \cdot m^{1/2}$]、 HV はビッカース硬さ [kgf/mm^2]、 $area$ はき裂寸法 [μm]、 E_{Mg} 、 E_{steel} は Mg および Steel のヤング率 [GPa]、 $K_{I max}$ は応力拡大係数 [$MPa \cdot m^{1/2}$]、 σ_w は疲労限度 [MPa] を表す。

図 3-2.5.1-12 は、開発合金 (AX41) 押出材の $R=-1$ における一軸疲労試験の結果と、上式より求められる疲労限度値（下図における緑の破線）をまとめた結果である。参考として、AZ31 合金の $s-n$ 線図（図における青の破線）も記されている。図 3-2.5.1-12 より、AX41 合金の寿命は、全領域において AZ31 合金のそれと同じであることがわかった。また、材料に含まれる晶出物の大きさと破壊力学特性から求められる疲労限度値はほぼ一致することがわかった。以上のことから、晶出物の大きさの特性と破壊力学特性を活用した疲労強度予測モデルが、品質管理や構体の強度予測に利用できることがわかった。

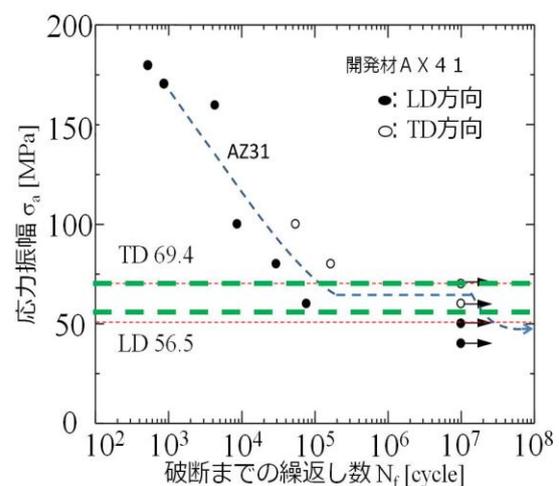


図 3-2.5.1-12 AX41 合金の疲労特性 (S-N 線図)(青の破線： AZ31 合金疲労特性、緑の破線：材料に含まれる晶出物の大きさと破壊力学特性からも求めた疲労極度値)

④-4 衝撃変形データベースの構築（高速圧縮・引張・三点曲げ変形挙動調査）【（再委託）神戸大学】

新たに開発された合金（AX41 合金）を対象として、2016 年度は高速圧縮変形挙動を調査し、A6N01 合金の結果と比較を行った。試験の結果、A6N01 合金と同様に AX41 合金の圧縮応力-ひずみ関係の異方性は低いこと、および、降伏応力のひずみ速度依存性は低いことを確認した。一方、同アルミニウム合金とは異なり降伏後に大きな加工硬化率を示すことがわかった。変形組織観察の結果、比較的低い圧縮降伏応力と大きな加工硬化率の発現はマグネシウム展伸合金に特有の変形双晶形成に起因することを確認した。2017 年度は、AX41 合金を対象として、これまでに開発した評価技術を用いて、高速一軸引張変形挙動と衝撃三点曲げ試

験による変形挙動を調査した。はじめに、AX41 合金の高速一軸引張試験の結果を図 3-2.5.1-13 に示す。引張り変形の方法は、押出平行(LD 方向)および垂直方向(TD 方向)とした。LD 方向の結果に関しては、引張降伏応力は高い歪み速度依存性を示した。また、TD 方向の結果に関しては、引張降伏応力が歪み速度異存性を示さないことが確認された。また、変形方向に依存せず、歪み速度の増加に伴い、加工降下率が高くなるため、破断するまでに吸収するエネルギーは正の歪み速度依存性を示した。

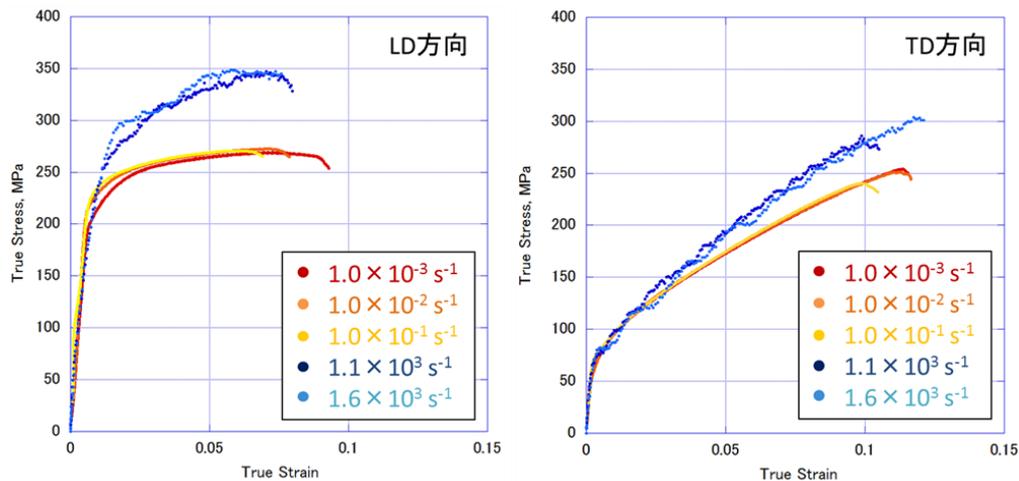


図 3-2.5.1-13 AX41 合金の引張り変形応答 (左：押出平行(LD)方向、右：押出垂直(TD)方向)

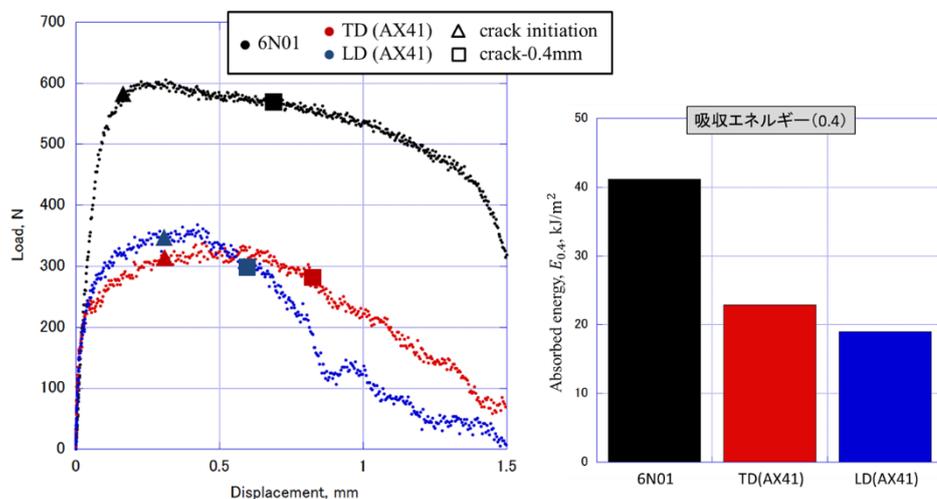


図 3-2.5.1-14 AX41 合金の衝撃三点曲げ試験結果

次に、衝撃三点曲げ試験の結果を図 3-2.5.1-14 に示す。図 3-2.5.1-14 に示すように亀裂発生時の荷重は押出平行方向と垂直方向で 15%程度の差異を生じ、引張降伏応力で見られた大きな異方性を示さないことがわかった。また、亀裂進展速度の値に応じて、吸収エネルギーが変化することから、第二相粒子の分散状態を調整することにより、衝撃変形特性が向上する可能性があることを示唆する結果を得た。

以上の各種衝撃試験の結果から、A6N01 合金と比較して、AX41 合金は強度に高い異方性を有すること、衝撃引張荷重の作用に対して脆化することなく変形すること、亀裂の進展速度はカルシウムの添加により速くなるが、第二相粒子の分散状態を調整することにより、衝撃変形特性が向上する可能性があることがわかった。

⑤ -5 衝撃変形データベースの構築（衝撃靱性評価）【(再委託) 物質・材料研究機構】

板厚 3 mm からなる 5 種類の難燃性マグネシウム合金押出材および圧延材 (AX41, AX92, AZX611, AZX612, AZX811) を用いて、衝撃靱性特性 (シャルピー衝撃試験により得られる衝撃吸収エネルギー) に及ぼす試験温度の影響を調査した。その結果を図 3-2.5.1-15 に示す。図 3-2.5.1-15 左図は、AX41 と AZX811 を対象として異なる方向で試験を実施した結果である。図 3-2.5.1-15 右図は、各種マグネシウム合金の結果をまとめた結果である。図 3-2.5.1-15 右図には、比較のために、純マグネシウム押出材の報告例 [Chino et al., Mater Trans 52 (2011) p.1123] も併記している。

図 3-2.5.1-15 右図に注目すると、衝撃吸収応答は、添加合金種および添加量に影響を受け、本測定温度域において、AX41 や AX611 合金の衝撃吸収エネルギーは、純マグネシウムよりも高い値を示した。一方、AZX811 合金等は、純マグネシウムよりも低い衝撃吸収特性を呈した。

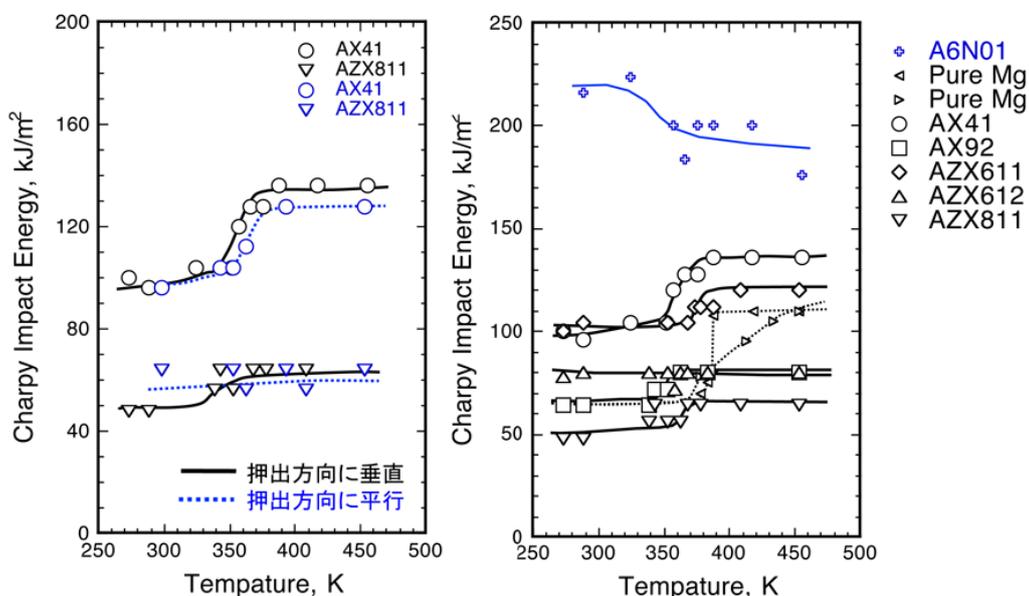


図 3-2.5.1-15 シャルピー衝撃試験によって取得した衝撃吸収値と温度の関係 (左)集合組織の影響 (右)各種難燃性合金の結果 (ノッチと展伸方向は垂直)

また、衝撃吸収エネルギーは、試験温度に影響を受ける傾向にあり、前記合金群 (AX41, AZX611) は、ある温度で急激な衝撃吸収エネルギーの上昇が確認できる。

破面観察の結果、室温では変形双晶/母相界面の割れに起因した脆性的な破壊様相が観察されたが、180℃では、ボイド形成による延性破壊様相が確認された。

一方、AZX811 合金をはじめとする高濃度のアルミニウムもしくはカルシウムを添加した難燃性マグネシウム合金は、衝撃靱性応答に対する温度依存性が鈍感であり、純マグネシウムの衝撃吸収エネルギーよりも低かった。破面観察の結果、試験温度に関係なく、高温での試験においても、脆弱な破壊様相が確認された。上記の結果より、固容量以上のアルミニウムやカルシウムが添加されると、Al-Ca系晶出物が破壊の起点となることが推測された。難燃性向上のためには、カルシウム添加が必要であるが、過度の添加は、衝撃試験時における脆弱さを引き起こす要因になることが確認された。

次に、図 3-2.5.1-15 左図に注目すると、室温近傍の衝撃吸収特性は、採取方向によって若干の違いがあるが、その差は極めて小さいことが確認された。また、遷移温度に関する傾向は、集合組織の違いを確認することは難しかった。以上のことから、衝撃靱性時の破壊形態や断面様相は、採取方向に依存した傾向を示さないことが確認された。なお、これまでに実施している純静的な靱性試験では、試験片の採取方向に依存した傾向が確認された。このことは、準静的および衝撃速度下の破壊メカニズムの違いに起因すると推測される。今後、衝撃引張や圧縮試験結果を交えた検証が必要である。

⑥ 新難燃性マグネシウム合金部材の設計指針の構築【川崎重工業（株）】

疲労特性評価に関しては、ダブルスキン構体に適用される裏当て付開先溶接継手、開先隅肉溶接継手について疲労試験を実施した。その結果、これまで疲労試験が行われてきた突合せ溶接継手に比べて、約半分の時間強度となる結果が得られた。構体構造の設計指針に関しては、2 軸応力状態における材料降伏条件の検証のため 2 軸引張試験によるデータを取得するとともに、2 軸応力状態における疲労試験方法の検討をおこなった。さらに、2016 年度の客室部一般断面の最大気密荷重に対する強度設計に加え、2017 年度は JIS7106 の各種荷重条件に対する構造検討を実施し、中ハリを除き 1 両分の構体構造として強度的な目途を得た。また、2016 年度実施の一般断面の静的強度と車体曲げ剛性の各種検討結果を反映した簡易モックアップの設計を行った。上記検討に加え、床下機器を模擬した異種金属の機械締結部分を模擬した暴露試験を実施した。

④ -1 構体の溶接部断面形状を用いた疲労試験

ダブルスキン構造に適用される溶接継手の疲労試験を実施した結果、2016 年度までに得られた溶接部疲労強度よりも小さくなる結果が得られた。図 3-2.5.1-16 に疲労試験結果を示す。強度設計上、時間強度の向上が必要になったため、応力拡大係数の解析結果を基にした継手形状の改良検討を開始した。

⑤ -2 材料の異方性を考慮した降伏評価

耐力の異方性を考慮した構造設計のために 2 軸引張試験を行い、張力場において、AX81G については、トレスカの降伏条件が、AX41 については、押出方向、押出直角方向の耐力の比による修正を加えたトレスカの降伏条件で概ね安全側の評価ができる

結果が得られた (図 3-2.5.1-17)。

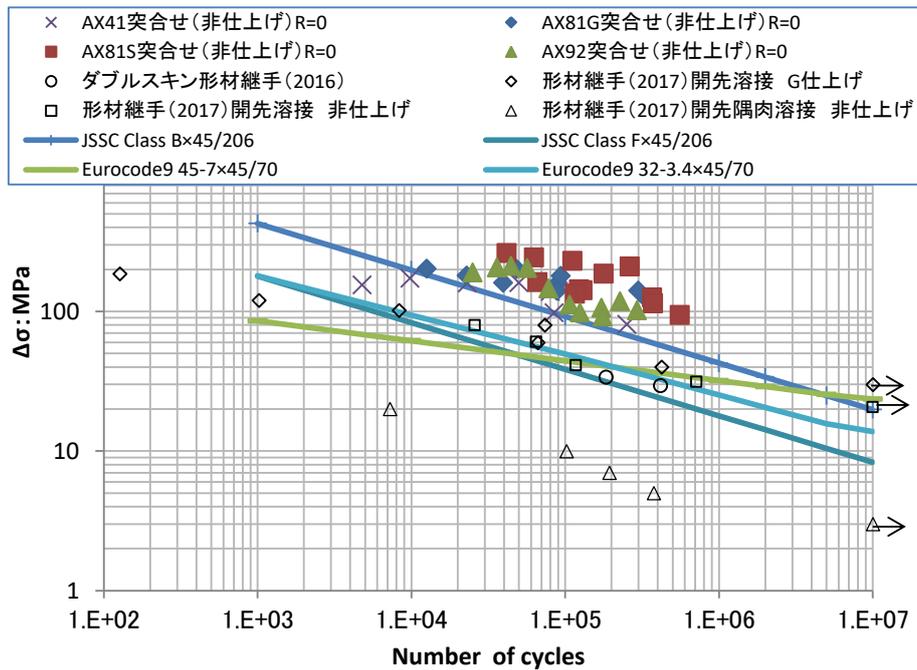


図 3-2.5.1-16 各種溶接継手の疲労試験結果

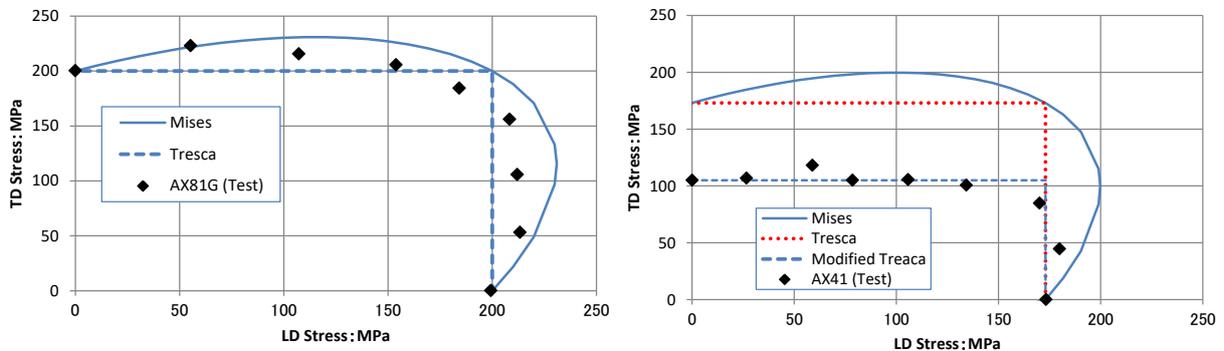


図 3-2.5.1-17 AX81G 及び AX41 の 2 軸引張試験結果

⑥ -3 1 車両構体の強度評価

2016 年度に 1 車両構体の FEM 解析モデルを作成し、JIS E7106 : 鉄道車両-旅客車用構体-設計通則に記載の荷重条件である垂直荷重、車端圧縮荷重、車端引張荷重、気密荷重、ねじり荷重、3 点支持のそれぞれを用いた強度解析を実施した。その結果、構体の曲げ剛性を維持しながらアルミニウム合金製構体に対して約 30%の軽量化の可能性のある結果が得られた。しかしながら、中ハリ、床板不連続部、妻構体、行き先表示機開口、ジャッキポイントにおいて、素材の AX41 の耐力を超える応力値が発生する結果が得られた。2017 年度はこれらの高応力発生部位の応力低減対策を検討し FEM 解析による強度評価を実施した。図 3-2.5.1-18 に 2016 年度の解析結果と 2017 年度の改良案の解析結果として車端圧縮(2017)、気密荷重(2017)、三点支持(2017)を比較

して示す。中ハリについては、改良構造とすることで-400MPa 程度から-250MPa 程度まで低減することができたが、AX41、AX81G の耐力値を超えており、継続して応力低減の検討が必要である。

床板不連続部については、改良構造とすることで、応力値を AX41 の耐力以内とすることができた。妻構体のアーチ桁、行き先表示機開口部共に、改良案とすることで応力値を AX41 の耐力以内とすることができた。ジャッキポイントについては、改良案とすることで応力値を-200MPa 程度から-100MPa 程度まで低減することができたが、AX41 の耐力値を超える結果であった。この部位の材質を AX81G とすることで十分な強度が得られると考えられる。

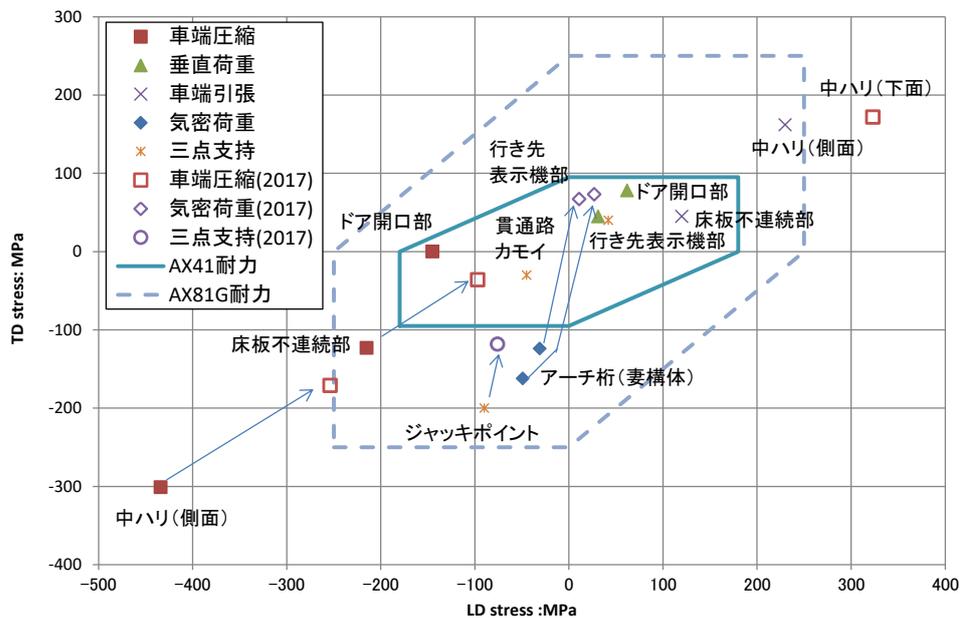


図 3-2.5.1-18 Mg 合金製構体の改良案（2017）の強度評価



図 3-2.5.1-19 簡易モックアップの構造的特徴



図 3-2.5.1-20 床下機器吊供試体

⑥ -4 モックアップ構体の設計

2016年度に最大気密荷重と車体曲げ剛性の目途を付けた客室一般部構造を基に押出形材を試作した結果、内部リブの一部にメタルが流れない現象が発生した。このため一部の形材断面を見直し静強度と変形量を確認した上で客室一般部断面1窓開口長さのモックアップ構体を設計した。また、「ひとまわりした未来感」をコンセプトにMg合金構造をアピールする塗装エクステリアのデザインを行った(図 3-2.5.1-19)。

⑦ -4 暴露試験

2015年度はリベット締結供試体、2016年度は窓ガラス接着供試体の暴露試験体を作製し、2017年度は図 3-2.5.1-20 に示す床下機器吊下構造を模擬した供試体を製作し、それぞれの年度から暴露試験を開始した。車両構体の床下に枕木方向に配置するMg製横梁の吊り溝に現行の新幹線車両と同様の特殊ボルト、ライナーを用いて機器を吊る構造を模擬した。機器箱の取付足に相当する材質は鉄およびALに塗装を施した2種類を準備した。リベット締結供試体は5年間、および窓ガラス接着供試体は4年間、床下機器吊り下げ構造を模擬した供試体は3年間遮蔽暴露を実施し、2020年12月に各供試体を回収し腐食状況を調査した。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.5.1-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	12	0	0	0	0	2	1
2015FY	8	1	26	0	0	0	0	3	1
2016FY	4	0	13	0	0	0	1	1	1
2017FY	0	0	19	0	1	0	2	2	2
合計	12	1	70	0	1	0	3	8	5

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.5.1-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	1	0	0
2016FY	1	0	0
2017FY	0	0	0
合計	2	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.5.1.3 参考文献

- 1) 森 久史「高速鉄道車両開発に向けた軽量金属材料への期待」、軽金属学会東海支部平成26年度第一回講演会資料（2014年4月30日 名古屋）
- 2) 鈴木 康文「アルミニウム合金による鉄道車両の軽量化と今後の課題」、軽金属 Vol.60 (2010) pp.565-570.
- 3) 鉄道車両工業会ホームページ資料
- 4) 日本自動車工業会ホームページ資料
- 5) 畑山直史、竹内久司、栄輝、杉本明男「新幹線車両用アルミニウム合金製押出部材の技術開発」、神戸製鋼技報 Vol. 58 No. 3 pp.55-61.
- 6) 日本マグネシウム協会ホームページ資料

2.5.2 [テーマ番号16] 易加工性マグネシウム材（押出材）の開発及び高強度マグネシウム材（厚板）作製の基礎的検討（2013年度～2017年度）

2.5.2.1 テーマの概要

(1)背景と目的

エネルギー消費量削減や CO₂ 排出量削減は国際的な重要課題であり、運輸部門においては自動車に対する燃費規制や高速車両に対する省エネ化・高速化が求められている。なかでも高速車両においてはリサイクル性向上・メンテナンスコスト削減の観点からも実用金属中最も軽量であるマグネシウム（Mg）合金の車両構体への適用が強く期待されている。適用のためには安全性（難燃・不燃）、易加工性（接合・補修が容易）、高耐食性、リサイクル性、低コストであることが求められるが、軽量化が求められる次世代高速車両用部材開発において、Mg 合金にカルシウム（Ca）を添加し発火特性を飛躍的に改善した「難燃性 Mg 合金」の材料特性（機械的特性、生産性）を改善するための合金設計、構造体を作製するための大型展伸材（型材・板材）の製造プロセス技術開発、開発した合金や展伸材の信頼性（難燃性や耐食性）を確保するための評価技術およびデータベース（DB）の構築が重要となる。

高速車両構体には現在、アルミニウム（Al）合金が使用されている。構体を構成する主要部材（屋根や側面）には Al 合金の中でも比較的中強度で生産性（易加工性）に優れた A6N01 合金が適用され、現行の新幹線等では「ダブルスキン型材」と呼ばれる、複雑な断面形状を有する長さ 25m 程度の大型・長尺の押出型材が使用されている。しかしながら、当該押出型材に匹敵する強度と易加工性を兼備した Mg 合金押出材は未だ存在せず、大型化や長尺化を実現する押出プロセス技術も未構築である。一方、先頭構体や床部材にはより高強度の A7N01 合金押出型材や板材も求められる。板材では板厚 3 mm 以上の厚板を切削加工することで内装品やシングルスキン・インテグラルスキン材の作製が可能となる。さらに、作製板材の信頼性及び標準化の観点からは特性 DB 構築が重要であり、規格試験片適用のためには 3 mm 以上の板厚が望ましい。しかしながら、Mg 合金の板材作製に関してはこれまで薄板材の報告はあるものの、厚板材は皆無であり、塑性加工上では板材作製には圧延加工が向いている。しかしながら、A7N01 合金に匹敵する機械的特性を有する Mg 合金中板・厚板圧延材は未だ存在せず、大型化や長尺化を実現する圧延加工プロセス技術も未構築である。

そこで本テーマでは、難燃性 Mg 合金展伸材の次世代高速車両用構体への実用化を目指し、強度と易加工性を両立する Mg 大型・長尺押出材と、高強度化を実現する Mg 圧延厚板材の工業レベルでの製造プロセス技術を確立することを目的とした。

(2)目標値

現在、高速車両構体（700系新幹線）に使用されている Al 展伸合金には 2 種類あり、汎用型の A6N01 合金と高強度型の A7N01 合金がある。図 3-2.5.2-1 に示すように、A6N01 合金に関しては屋根板、幕板、側ハリ等に利用され、A7N01 合金に関しては台枠や枕ハリ等に利用されている。本研究開発では、開発材の次世代高速車両構体への実用化に主眼を置き、A6N01 合金に匹敵する機械的特性と生産性（押出速度）を有

する難燃性 Mg 合金押出材（易加工性 Mg 押出材）と、A7N01 合金に匹敵する機械的特性を有する難燃性 Mg 合金展伸材（高強度 Mg 材（押出材、板材（薄板・厚板））を開発することを目指した。また、開発した合金を用いて実際の構体を作製するためには、開発合金をつなぎ合わせるための接合技術や、耐食性を付与するための表面処理技術が必要である。さらには、母材・接合継手・表面処理被膜の信頼性を評価するための技術も構築する必要がある。そこで、開発した合金を接合するための技術、信頼性（疲労特性、発火特性、耐食性等）を評価するための技術についても開発を実施した。

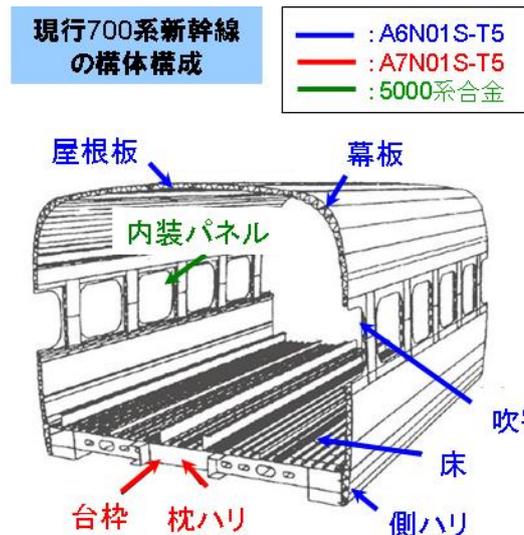


図 3-2.5.2-1 現行の高速車両構体に使用される材料

表 3-2.5.2-1 に本テーマを担当する射水分室及び相模原分室における開発目標と根拠を示す。射水分室では A6N01 合金押出材に匹敵する押出加工性と機械的性質を有する易加工性 Mg 押出材を開発すること、相模原分室では A7N01 合金に匹敵する機械的性質を有する高強度 Mg 圧延厚板を得るための製造プロセス技術を開発することを目指して設定した。

これまでの先導研究において、易加工性 Mg 押出材の開発では Mg 合金（Mg-Al-Ca 系合金）の添加元素を希薄化させることにより、6000 系 Al 合金に匹敵する押出速度と機械的性質が得られることをラボレベルおよび工業レベルで実証できている^{1),2)}。また、高強度 Mg 厚板材作製の基礎的検討では、急速凝固に関する先導研究から急冷鋳造材は易加工性を有することを見出し、AMX1001（Mg-10Al-0.2Mn-1Ca mass%）合金材において、熱間多パス圧延による高強度化、加熱及び熱処理による延性向上及び耐熱性を有することをラボレベルにおいて確認している³⁾。本テーマの開発においてはこれら技術シーズを積極的に展開し、ターゲットとした各種車両構体部材に資する押出型材や圧延厚板材の製造プロセス技術を検討した。

表 3-2.5.2-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
易加工性 Mg 材（押出材）の開発 (2013～2017年度)	レアアースフリー合金で、引張強さ 250MPa 以上、伸び 15% 以上、AZX311 合金と同程度以上の難燃性を有し、AZ31 合金と同程度以上の押出速度により押出成形可能な押出材を開発する。	引張強さ 270MPa 以上、伸び 20% 以上、AZX311 同等以上の難燃性、A6N01 合金同等以上の押出速度を達成する押出材を開発する。		
高強度 Mg 材（厚板）作製の基礎的検討 (2013～2017年度)	板厚 3 mm 以上で引張強さ 350 MPa 以上、伸び 13% 以上、AZX311 合金と同程度以上の難燃性を有する中板材を開発する。 casting 及び圧延加工における強化・変形機構の調査を行い、各制御技術の基礎指針を確立し、金属組織・機械的性質の連成モデルを構築することで、板厚 3 mm のみならず、第2期目標をより実現可能なものとする。	A7N01 合金と同程度以上の熱的安定性・機械的特性を有する引張強さ 360 MPa 以上、伸び 15% 以上の厚板材（板厚 6 mm）を作製するための casting、圧延手法調査。中板材は高強度高延性を有する幅広材（板幅 300 mm）を作製し、工業化と標準化を加速させる。		

(3)全体計画

本研究開発においては、開発技術の輸送機器構造部材、特に高速車両構体用構造部材への適用可能性を絶えず評価・検証することにより研究開発を遂行した。

図 3-2.5.2-2 に射水分室、図 3-2.5.2-3 に相模原分室における研究開発全体計画をそれぞれ示す。「易加工性マグネシウム押出材の開発」に関しては、再委託先の長岡技術科学大学、物質・材料研究機構と連携し、Mg-Al-Ca (AX) 系合金を対象に、押出用素材となるビレットの量産製造プロセス技術と、A6N01 合金に匹敵する機械的性質と押出特性（引張強さ：270MPa 以上、伸び：20%以上、難燃性：AZX311 以上、押出速度：A6N01 以上の特性）を有する大型・長尺押出型材の製造プロセス技術を工業レベルで構築することを最終目標とした。「高強度マグネシウム厚板材の開発」に関しては、厚板の作製に必要な圧延用母材の製造プロセス技術と圧延・熱処理プロセス技術の開発において、名古屋守山分室（産業技術総合研究所）と合金開発・圧延基礎データについて連携をとり、開発されるマグネシウム合金の特性と、高速車両構体に既に利用されているアルミニウム合金（A6N01、A7N01 など）との比較・検証を実施しながら目標を達成する研究開発を実施した。

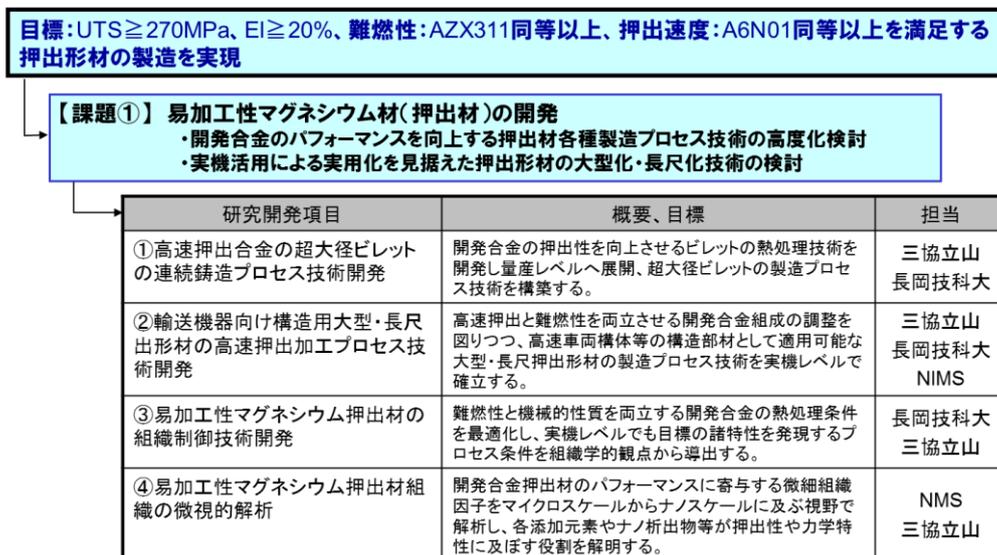


図 3-2.5.2-2 射水分室における技術開発の全体計画

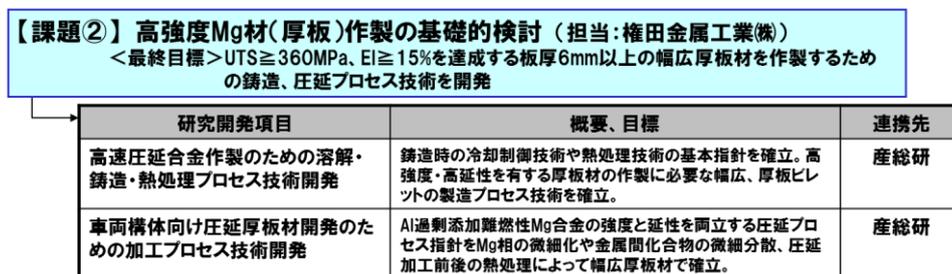


図 3-2.5.2-3 相模原分室における技術開発の全体計画

(4)実施体制

図 3-2.5.2-4 に革新的マグネシウム材の開発における研究開発体制を記す。本研究開発体制においては、8 分室が共同で難燃性 Mg 合金展伸材を鉄道車両用部材（高速車

両構体)に適用するための基礎技術を構築することを目指す。そこでは、素材の開発を担当する「素形材加工技術 WG」、開発材料の接合技術を開発する「接合 WG」、開発材料の耐食性評価技術と表面処理技術を開発する「表面処理 WG」、開発材料の信頼性を改善・評価するための技術を開発する「信頼性評価 WG」を構成し、各 WG が連携して課題の解決を目指す。なお、開発した合金の実用化に際しては、エンドユーザー（鉄道会社・車両メーカー）が低コストかつ安全に開発材を利用するための技術や、開発材を用いて構造体を設計するための技術等を見据えて研究開発を推進する必要がある。そのため、本研究開発では、エンドユーザーを参画研究機関（日本マグネシウム協会）のアドバイザーとしてプロジェクト内に招聘し、難燃性マグネシウム合金を利用して構造体を作製するための仕様について、アドバイスを受けつつ研究開発を推進した。

本開発テーマを担当する射水分室及び相模原分室は素形材加工技術 WG に属し、「易加工性マグネシウム材（押出材）の開発」を三協立山㈱、「高強度マグネシウム材（厚板）作製の基礎的検討」を権田金属工業㈱が担当した。易加工性マグネシウム材（押出材）の開発では、押出材としての難燃性や機械的特性を維持しつつ、製造コストの大幅な低減を達成する易加工性マグネシウム押出材の特性調査と各種製造プロセス技術を開発した。また、高強度マグネシウム材（厚板）作製の基礎的検討では、高強度厚板材の作製を実現するための凝固、熱処理、圧延加工プロセスについて調査、開発した。

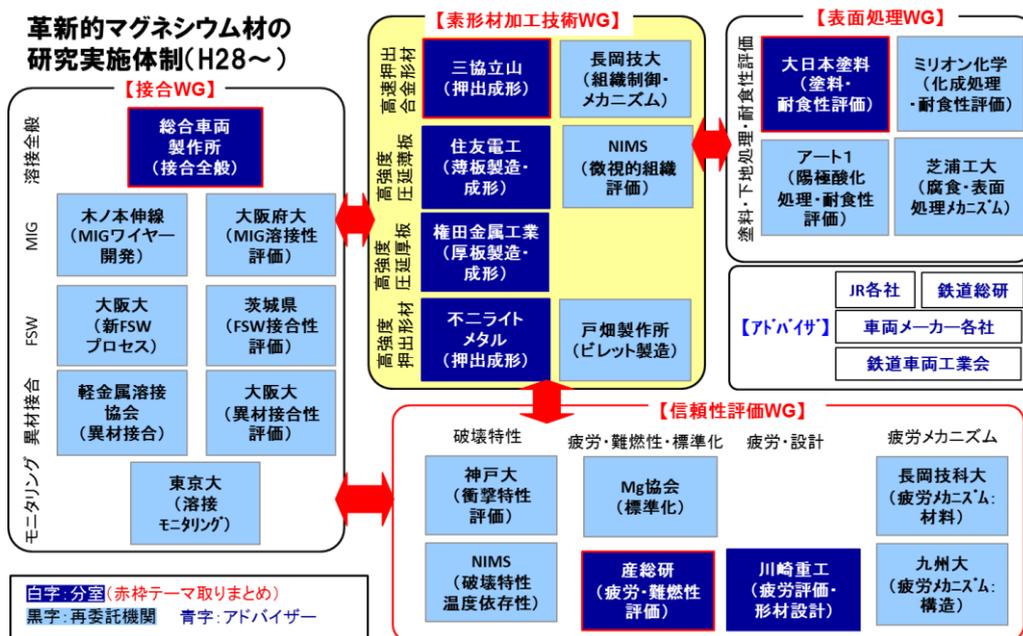


図 3-2.5.2-4 革新的マグネシウム材の開発実施体制

(5) 運営管理

革新的マグネシウム材の開発に従事する全組合員（アドバイザーを含む）が参加できる分科会を毎月開催し、進捗の共有化と管理を図った。具体的には、素形材加工技

術 WG、信頼性評価 WG、接合 WG、表面処理 WG の分科会を順次開催、2015 年度からは全組合員が参画するプロジェクト加速委員会も開催し、各分室および再委託先の研究進捗を報告することにより研究開発を推進した（2017 年 3 月末までに合計 63 回の分科会を開催）。また、分科会は研究進捗を報告する場として機能するだけでなく、開発材料の機械的特性以外におさえておくべき特性、高速車両構体に難燃性 Mg 合金を適用する上で予め評価しておくべき項目の洗い出し、接合試験や耐食性試験を行う際に必要となる試験片の手配等を議論する場としても機能し、テーマ全体の進捗を調整する場としても機能した。

さらには、(一社) 軽金属学会講演大会において、テーマセッション「難燃性マグネシウム合金展伸部材創製のための最新技術開発」を立ち上げ、開発テーマの遂行で得られた成果を集中して公開する場を設定した。2017 年 3 月末までに計 5 回のテーマセッションを開催し、プロジェクトに関して合計 70 件の口頭発表を行い、プロジェクトの成果を対外に向けて定期的かつ積極的に配信した。また、2016 年 5 月には、「難燃性マグネシウム合金展伸部材創製のための最新技術開発」と題した学会誌特集号にて、計 10 件の解説及び論文を掲載、成果の公表に努めた。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030 年度）

新幹線のアルミニウム合金製車両構体をマグネシウム合金製車両構体に代替した場合の重量削減効果について、ヤング率を基準とした場合、20%程度の車両構体の軽量化を見込むことができるとの報告がある⁴⁾。構体の軽量化は、CO₂ 排出量削減に寄与するばかりで無く、車両の高速化にも大きく寄与することが知られている。仮に、新幹線の車両質量を 20%軽量化することができれば、それだけで 10~20km/時の営業速度アップを見込むことができるとの試算がある⁵⁾。ゆえに、経済的観点からは車両構体の軽量化は大きな効果を見込むことができる。

なお、新幹線車両の年間生産台数は 385 台/年 (2013 年)であり、四輪車の年間生産台数(約 1,000 万台 : 2013 年)の 0.004%程度である^{6),7)}。また、動力として電気を利用していることを考慮すると、新幹線の重量減に伴う CO₂ 削減効果は、四輪車のそれと比較すると小さいものであると言える。

一方、新幹線のアルミニウム合金製車両構体をマグネシウム合金製車両構体に代替できた場合、マグネシウム展伸材の大きな需要増加を見込むことができる。例えば、車両構体（屋根・側構体、妻構体、台枠）に利用されるアルミニウム合金は 1 両当たり約 7t である。上記部品を全てマグネシウムに置き換え、部品は同一形状であると仮定した場合、1 両当たり約 6t の需要が生まれることになる（マグネシウム置換により車両重量が 10%減少する場合）。車両製造が 1 年当たり 400 両と仮定すると（385 両 : 2013 年）⁶⁾、2400t の需要が生まれることになる。なお、国内におけるマグネシウム合金展伸材需要は約 700t/年（2014 年）であり⁸⁾、本開発テーマの成果により、仮に側構体だけでもマグネシウム合金に置き換えることができれば、それだけで国内の展伸材需要を倍増させることが可能となる。それゆえ、本開発テーマの成果により輸送機器構造部材にマグネシウム合金の適用を加速させることが実現できれば、マグネシウムの産業構造自体を変革させることも可能である。

また、マグネシウム合金はリサイクル時の再生エネルギーが比較的低い環境配慮型の材料であり、本テーマの遂行においては切屑状で固化成形利用するか廃棄物処理する切削屑を溶解可能とする鋳造法も検討することで、省資源対策と環境負荷低減を推進している。このように、リサイクルに関する技術開発も先導的位置づけとして検討も進めており、本開発テーマを通して無駄なく素材を開発し、エンドユーザー側にはエネルギー効率の向上を通じた環境負荷低減を提案できつつある。

2.5.2.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.5.2-2 に本担当テーマにおける最終目標とその達成度を示す。本テーマは2017年度末をもって他関連テーマと統合した。そのため、最終目標の達成可能性については統合後のテーマ（テーマ 34、35）の事業原簿を参照されたい。

表 3-2.5.2-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
易加工性 Mg 材 (押出材) の開発	2018 年度以降、他 関連テーマと統合 しテーマ 34、35 に 移行。当該事業原 簿を参照。	—	—	—
高強度 Mg 材 (厚 板) 作製の基礎的 検討	2018 年度以降、他 関連テーマと統合 しテーマ 34、35 に 移行。当該事業原 簿を参照。	—	—	—

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

「易加工性マグネシウム材（押出材）の開発」では、大型実働機を使った工業レベルの技術構築が必須であり、実用化を見据えた極めて難易度の高い目標設定と言える。開発材の工業レベルでの更なる大幅な特性向上を目指し、当該テーマにおいては再委託先の長岡技術科学大学、物質・材料研究機構との連携を継続し、開発合金組成の調整も含めて、押出用ビレットの連続鋳造技術や熱処理技術を高度化するとともに、押出材の組織制御の最適化も考慮した押出ダイスの革新的な設計開発にも注力することにより、開発材の次世代高速車両用構体への実用化の実現を目指した。

「高強度マグネシウム材（厚板）作製の基礎的検討」では、最終年度までに厚板幅広材を作製可能とする鋳造・圧延手法を調査するため、鋳造材作製時における溶湯清浄化や熱処理技術の適用、圧延時においては集合組織制御や加工プロセスのチューニングを行いながら指針を構築する。高強度高延性を有する厚板幅広材については、国

内のみならず世界を見ても報告例が無く、実現できれば国際的に競争可能な技術を有することになる。幅広材は量産圧延機（幅 600 mm）を用いながら国内最大級幅 520 mm の圧延材にて技術構築しており、実用化のためには大型化に必要な作製プロセスの構築、板材の寸法精度向上の他に、接合性及び疲労特性に関するデータ、二次加工を可能とする成形性に関する特性取得が必要となる。特に Mg に関する疲労特性についてはデータ数が乏しいため、素材メーカーとして取得し、DB 構築に寄与する。また、板材の作製においては、接合や表面処理といった各 WG との連携によるフィードバックから、安全性及び信頼性を兼備する高強度 Mg 材（厚板）を開発することで、最終目標の達成をより現実的なものとする。

(2)研究開発の成果と意義

本テーマ開発を担当する射水分室及び相模原分室における各研究開発の成果と意義について以下に示す。

① 易加工性マグネシウム材（押出材）の開発【射水分室】

①-1. 高速押出合金の溶解～超大径ビレット連続製造プロセス技術開発

【担当：三協立山㈱】

各種難燃性 Mg 合金（AZX 系合金、AX 系合金）ビレットの製造プロセスにおける基礎的知見を基に、長岡技術科学大学との連携により、2015 年度までは高速押出を実現し得る AX 系希薄合金を対象とした超大径ビレットの連続製造技術の開発を遂行した。具体的には、微量な添加元素成分の高精度制御技術の検討や成分変化に伴う溶湯特性（難燃性、湯流れ等）の変化をラボ実験で予め評価しながら量産レベルへ展開し、当該合金の溶解・溶製条件を把握するとともに、超大径ビレットの作製においても凝固時に生成する晶出物をより微細・均一化する連続製造条件を検討した。その結果、2 面同時による DC 製造法にて、直径φ 320mm（13 インチ）×長さ約 2300mm の AX 系希薄合金ビレットを作製する連続製造条件を把握し、対象合金による工業レベルでの超大径ビレットの量産製造条件を確立できた。さらには、ビレット径をφ 425mm（17 インチ）へ拡大することによって、世界最大クラスの超大径ビレットの DC 製造（1 面製造、製造長さ 2800mm）を実現させ、大型・長尺押出型材の試作に向けた準備を前倒して整備することができた。

2016 年度は、2015 年度までに新規開発した第一中間目標を達成する新規高速押出合金 AX41（AXM40505）による超大径ビレットの連続製造技術の構築を推進した。具体的には、当分室にて所有する実働量産設備を活用し、溶解量 700kg レベルでの溶湯を作製、押出加工性に特に多大な影響を及ぼす Ca、Mn といった添加元素の高精度成分制御技術や、酸化物等の不純物を分離・除去する溶湯清浄化処理技術の高度化を実施した。作製した溶湯はφ 176mm（7 インチ）及びφ 320mm（13 インチ）、φ 377mm（15 インチ）の各鋳型に連続的に注湯し、DC 製造ビレットを試作した。その結果、当該合金において各添加元素の溶解歩留まりを把握の上、Ca：狙い値±0.05wt.%、Mn：狙い値±0.1wt.%に成分を制御する技術を確立するとともに、フラックス精錬条件や脱ガス処理条件を改良、最適化することによりビレット品質の向上に

繋げた。また、各鋳型サイズにおける鋳造条件を見極め、直径φ320mm×長さ2300mm、同時2面鋳造を実現するDC鋳造プロセスを確立した（図3-2.5.2-5）。

また、2017年度においては第二中間目標を達成する開発合金AX41の添加元素量の最適化を試み、前記実働レベルにおいても内部品質を維持するAX41（AXM4102）合金DC鋳造ビレットの作製を実証できた。



図 3-2.5.2-5 DC 鋳造法の概略と作製した AX41 合金大径 DC 鋳造ビレット（一例）

①-2. ビレット均質化処理プロセス技術開発

【担当：三協立山㈱、再委託先（長岡技科大）】

各種 AX 系合金における押出特性や押出材の基本的特性を把握すべく、長岡技術科学大学との連携により、AX 系希薄合金による難燃性と機械的性質を両立し得る高速押出合金の開発を遂行した。2015 年度までは合金組成を決定する主要元素の Al、Ca に加え、第三元素として Mn、Zn の添加による各種押出特性に及ぼす影響を綿密に調査した。押出実験では主に 400 トン直接押出試験機を使用したラボレベルによる熱間直接押出実験を試行することにより、図 3-2.5.2-6 に示すように第一中間目標である引張強さ 250MPa 以上、伸び 15% 以上、AZ31 合金同等以上の押出速度を達成する高速押出合金の開発に目処を立てるとともに、計画通り開発合金の第一次組成（Al：1.0～1.5mass%、Ca：0.2～0.4mass%、Mn：0.4～0.6mass%）を設定できた。

また、長岡技術科学大学に加え、名古屋守山分室再委託先の物質・材料研究機構とも連携し、AXM 系希薄合金の押出加工プロセスにおける熱処理技術や時効処理によるナノ析出物制御技術等の開発を協同で推進した。その結果、AXM 系希薄合金においては、ビレットに高温・短時間の均質化処理（500℃×1h）を施すことにより押出加工時の押出荷重が 10% 以上低減でき、かつ押出速度のさらなる向上が得られることや、人工時効処理により当該合金の引張強さ、耐力をさらに向上可能な知見を得ることにより、押出材の大型化・長尺化を見据えた易加工性と機械的性質のさらなる向上を実現し得る合金設計や押出プロセス指針を得た。これら知見はマグネシウム合金の製造方法として国内特許出願を完了した。

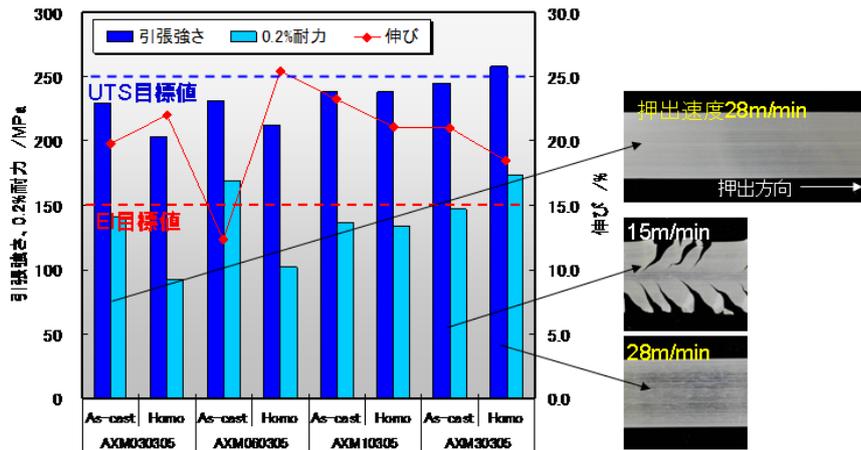


図 3-2.5.2-6 各種 AXM 系希薄合金押出材の機械的性質と押出速度

2016 年度からは、押出加工性（押出荷重）に直接影響を及ぼすビレット均質化処理条件の最適化について検討した。本検討では再委託先の長岡技術科学大学と連携し、ビレット熱処理後の冷却速度に着目して押出加工性を向上させるメカニズム解明と処理条件の把握を試みた。実験では Ca 量：0.5wt.%、Mn 量：0.5wt.%一定とし、Al 量を変化させた各種 AXM 合金ビレットについて、均質化処理後に水冷もしくは炉冷を行い、押出加工に供した。その結果、Al 量が 3.9 wt.%以下では、均質化処理後の炉冷により押出材の表面状態が改善し、一方、4.5 wt.%以上の Al 量では、均質化処理後の冷却条件を変えても押出材の表面状態に変化がないことを把握した（図 3-2.5.2-7）。

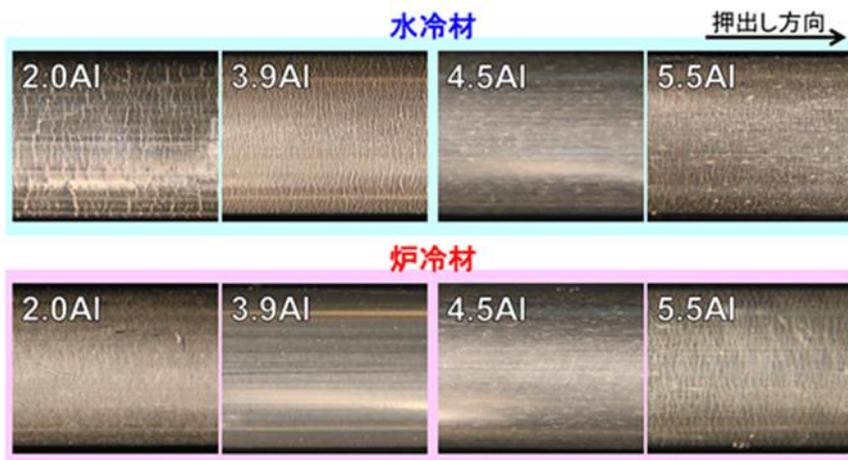


図 3-2.5.2-7 各種 AXM 合金における押出材表面外観に及ぼす均質化処理後の冷却速度の影響

また、Al 量と押出加工時の最大荷重の関係について調査した結果、Al 量が増えるほど最大押出荷重は上昇する傾向があり、Al 量：3.9 wt.%以下の場合、均質化処理後の炉冷により最大押出荷重が顕著に小さくなる傾向が認められるものの、Al 量：4.5

wt.%以上では均質化処理後に炉冷を施しても最大押出荷重に変化は認められないことが分かった（図 3-2.5.2-8）。当該現象は、均質化処理後に水冷を施した場合は、直径約 10nm の微細な析出物を形成する一方、均質化処理後に炉冷を行うと、直径数 μm 程度の粗大な Al_2Ca を形成することによる。すなわち、均質化処理後の炉冷により、押出材の表面状態が改善し、最大押出荷重が低下したのは、炉冷により析出物が粗大化したことで押出時の変形抵抗が小さくなったことが要因として考えられる。以上の知見は押出加工性を改善、向上させるマグネシウム合金の新規熱処理プロセス技術として特許出願済みである。

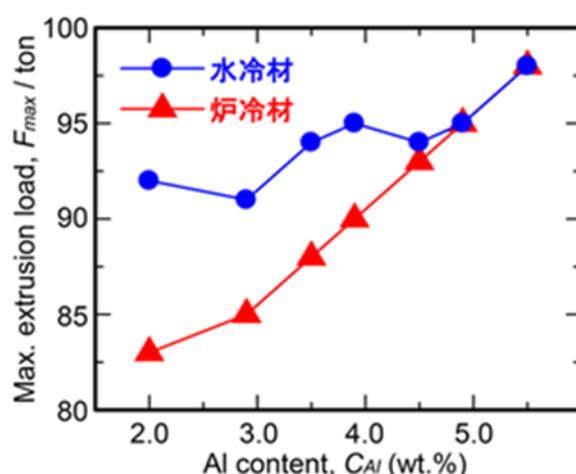


図 3-2.5.2-8 押出加工時の最大荷重に及ぼす Al 添加量の影響

①-3. 輸送機器向け構造用押出型材の高速押出加工プロセス技術開発

【担当：三協立山㈱、再委託先（長岡技科大、物材機構）】

第一中間目標を達成する開発合金 AX41 (AXM40505) 合金による、実機レベルでの高速押出加工プロセス技術の構築を推進した。前述のビレット製造プロセスにて作製した DC 鋳造ビレットを押出用素材として使用し、ラボレベルで得られた押出材との各種特性の比較評価を行いながら実機によるプロセス技術の高度化開発を行った。

当分室で保有する 6 インチ 1500 トン実働押出機を用いて試作した AX41 合金押出材の諸特性を調査した。押出速度は AZ31 合金以上 (15m/min.) を確保し、得られた押出材の機械的性質もラボ試作材とほぼ同等レベル（第一中間目標値）を維持することを実証した（図 3-2.5.2-9）。しかしながら、実機 6 インチ材の機械的性質においては、異方性が認められ、押出平行方向と押出垂直方向の 0.2% 耐力値に差異が生じることが分かった（図 3-2.5.2-10）。この要因について、再委託先の物質・材料研究機構と連携し、押出材集合組織の EBSD による微視的解析を行った。その結果、実機押出材の耐力低下の要因として、実機押出材では結晶粒組織が粗大かつ比較的強い底面集合組織を呈しているため、押出垂直方向においては臨界分解せん断応力 (CRSS) の低い双晶変形の発生が活発化し、強度が低下したと推察された。このことより、耐力の低下を抑制し異方性を軽減するには押出ダイス設計や押出加工条件の検討により結晶粒を微細化、ランダム化することが重要であるという知見を得た。

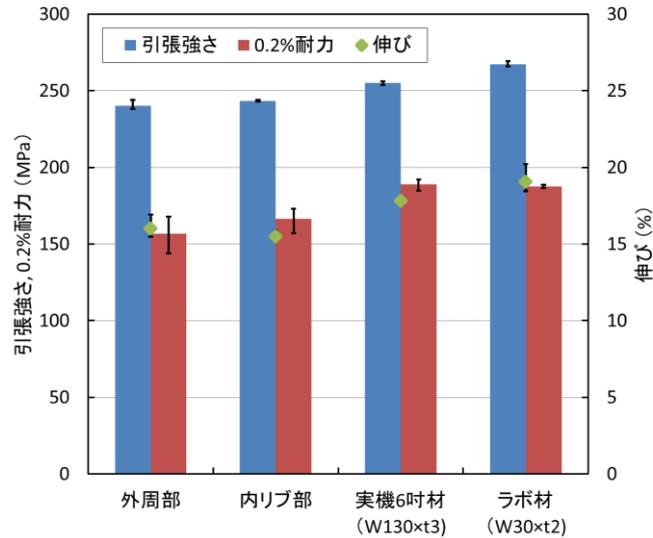


図 3-2.5.2-9 AX41 合金における各種押出材の機械的性質

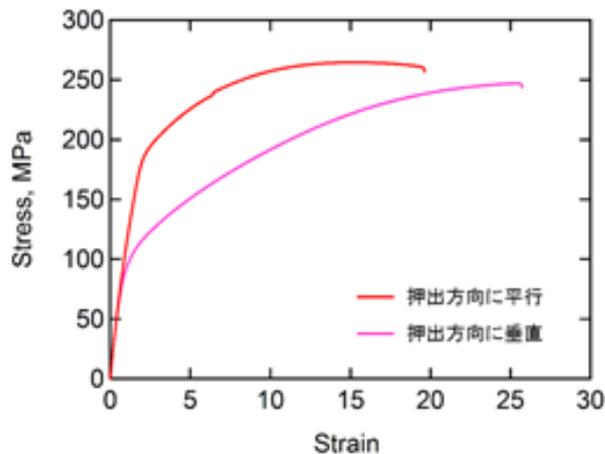


図 3-2.5.2-10 AX41 合金実機 6 インチ押出材の引張試験結果

2017 年度は第二中間目標（引張強さ 270MPa 以上、伸び 20%、A6N01 合金同等以上の押出速度、AZX311 合金同等以上の難燃性）の達成を目指し、開発合金 AX41 の元素添加量の最適化を行った。再委託先の長岡技科大と密に連携し、難燃性の向上と時効硬化を活用するために Ca 添加量を 0.5mass% から 1mass% まで増やし、粗大な Al-Mn 系金属間化合物の形成を抑制するために Mn 添加量を 0.5mass% から 0.2mass% まで減らした AX41 (Mg-4Al-1Ca-0.2Mn ; AXM4102) 合金を設計した。図 3-2.5.2-11 に、AXM4102 合金押出材の引張応力-ひずみ曲線を示す。アルミニウム合金 (A6N01 合金) に匹敵する押出製品速度 20m/min において得られた押出材は、押出まま材においても引張強さ 278MPa、伸び 23.6% を確保し、第二中間目標値を達成することを実証できた。また、名古屋守山分室と連携し開発材の発火温度を測定した結果、Ca 量を増量した AXM4102 合金は何れの昇温速度においても AZX311 合金以上の発火温度を示し、AZX311 合金以上の難燃特性を有することも実証している (図 3-2.5.2-12)。

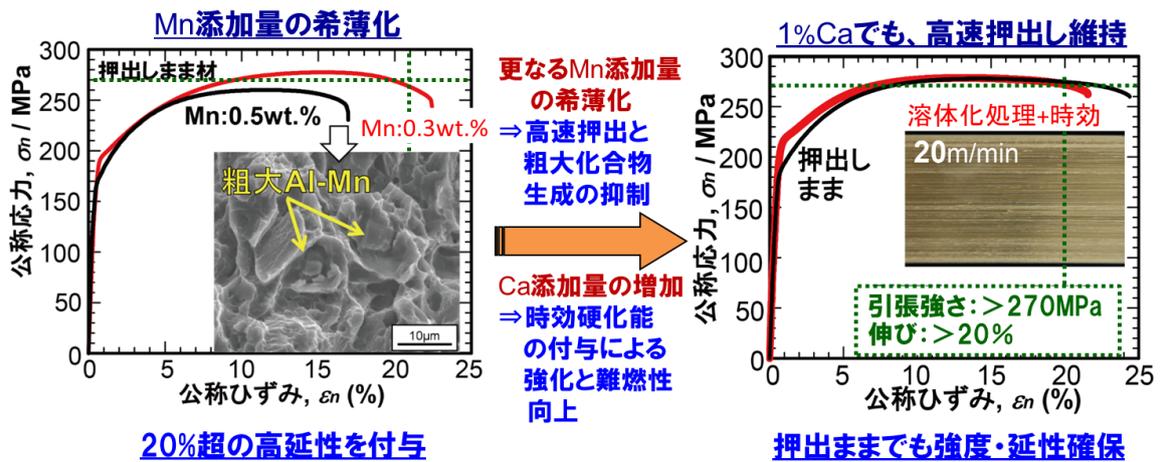


図 3-2.5.2-11 AX41 (AXM4102) 合金押出材の引張応力-ひずみ曲線

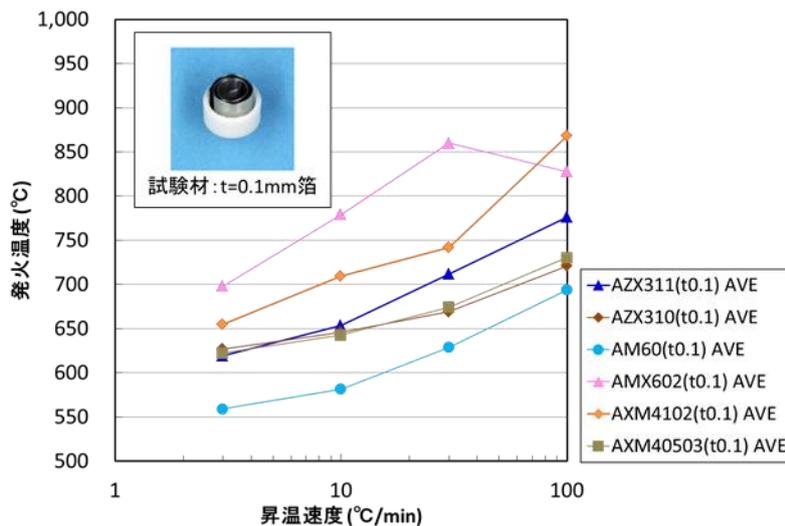


図 3-2.5.2-12 各種 Mg 合金の発火特性 (DTA による発火温度測定結果)

一方、本研究開発では AX41 開発合金による車両構体への実用化を想定した複雑断面形状を有する大型中空押出型材の試作開発を推進した。当分室所有の 12 インチ 6000 トン実働押出機を使用し、従来からも検証を進めている幅 251mm、高さ 50mm の大型ダブルスキン形状の押出試作を当該開発合金にも適用した。その結果、AZ31 合金同等以上の押出速度 (1m/min.) にて外観品質及び JIS 規格を満足する高精度な型材の押出成形を実証できた (図 3-2.5.2-13)。しかしながら、図 3-2.5.2-9 でも示す通り、ダブルスキン型材の外周部及び内リブ部の機械的性質はラボ材や実機 6 インチ材に比べて低い値となっている。本要因と対策については再委託先の物質・材料研究機構と連携し、ミクروسケールでの集合組織解析を実施しながら押出ダイスの設計改良等を継続検討し、特性向上を目指す計画である。なお、ダブルスキン型材の押出成形技術の開発で得られた知見は、本 Mg プロジェクトの参画機関と連携して試作開発を進め

ている部分側パネル構体向け部材の試作に展開、計画通り所定のダブルスキン形材を試作供給し、開発合金 AX41 による部分側パネル構体の具現化に貢献した（図 3-2.5.2-14）。

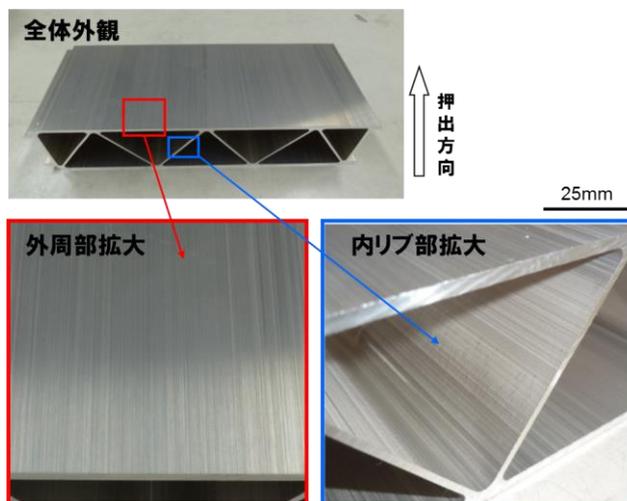


図 3-2.5.2-13 試作した AX41 合金ダブルスキン形材の概要



図 3-2.5.2-14 AX41 合金ダブルスキン形材で試作した部分側パネル構体の外観

さらに、2017 年度は開発合金による簡易モックアップ構体（1/1 断面、長さ 1040mm）の具現化を目標に、当該構造体を構成する大型・複雑断面形状を有した中空押出形材の製造プロセス技術を確認することを目指した。当分室では、簡易モックアップ構体を構成する部材の内、屋根部及び側部を構成する押出形材の試作開発を担当した。全ての部材は中空部を持つ複雑断面形状であり、ダブルスキン断面形状を有する形材の最大幅は 280mm を超える。当該構体の設計では、明石分室及び横浜金沢分室と密に連携し、最大気密荷重が負荷された際の最大変形量が 10mm 以下となるよう構造強度を確保するとともに、形材同士の継手形状においても組立時の MIG 溶接による変形を考慮し、調整がより容易にできるよう工夫を施した。また、使用する実働機（6000 トン直接押出プレス機）の性能と試作期間を考慮し、構成部材を全 12 型として各部材の押出ダイス設計と押出形材の試作を実施した。図 3-2.5.2-15 に製作した押出ダイスの一例と試作した屋根部形材、側部形材、側受部形材の概要を示す。何

れの押出型材においても、断面形状及び長手方向の曲がりには JIS 規格値にて規定される型材精度を十分満足し、高精度の部材作製を実現できた。全ての部材は計画通り横浜金沢分室に供給し、目標通り簡易モックアップ構体の具現化に貢献できた。なお、当分室で試作、供給した大型中空型材は横浜金沢分室にて MIG 溶接により接合された。接合作業時において、各型材の精度上の問題は無く、良好な接合構造体を得られたことを確認できている（図 3-2.5.2-16）。

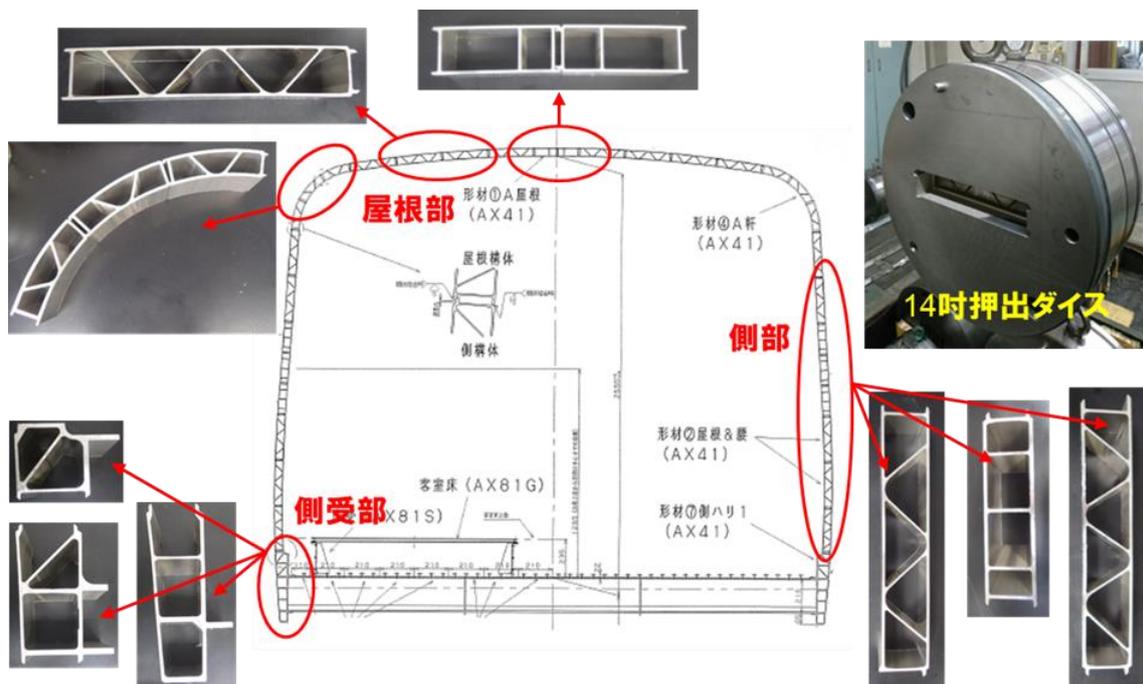


図 3-2.5.2-15 製作した押出ダイスの一例と試作した大型中空型材の概要



図 3-2.5.2-16 接合後の簡易モックアップ構体の外観
 (左・側パネル、右上・屋根パネル、右下・台枠；横浜金沢分室提供)

また、大型・長尺中空型材の製造プロセス技術の確立に向けて、押出型材の真直度向上技術の開発を行った。当分室所有の温間ストレッチ矯正装置（図 3-2.5.2-17）を活用し、図 3-2.5.2-13 で示した大型ダブルスキン型材の温間ストレッチ矯正を試行した。その結果、型材長さ 6m での温間ストレッチ矯正条件を把握、型材の曲がり量を JIS で規定される許容量（2mm/m）の 1/4（0.5mm/m）以下に低減、真直度を大幅に向上させることに成功した。



図 3-2.5.2-17 Mg 専用大型・長尺型材温間ストレッチ矯正装置の概要

①-4. 開発合金押出材の信頼性データ蓄積

【担当：三協立山㈱】

開発した新規高速押出合金による車両構体の試作開発を推進する上で、車両構体の設計時に必要となる開発合金の各種信頼性データ（疲労特性）を取得、蓄積することが極めて重要となる。本研究開発では、開発合金 AX41 押出材の疲労データを取得、蓄積することを目的に、押出材の疲労試験を開始、データの取得、蓄積を推進した。疲労試験では名古屋守山分室及び明石分室と連携し、押出材の平面曲げ疲労試験や回転曲げ疲労試験、軸疲労試験を効率的に行い、データの拡充、共有化を図った（図 3-2.5.2-18）。今後も押出材の接合試験体を主体に各種疲労試験を継続し、開発合金による車両構体の設計情報として活用していく計画である。

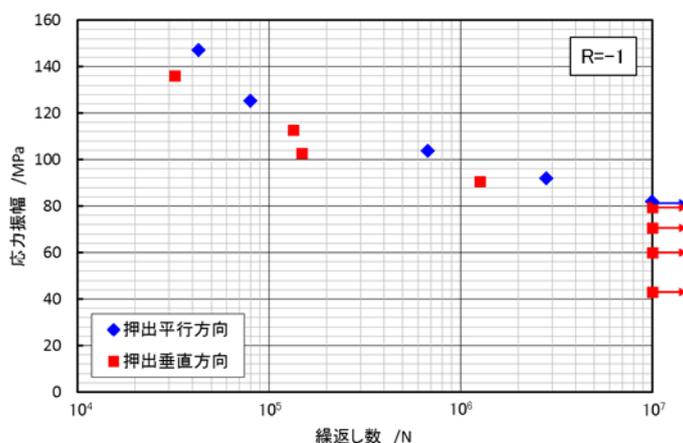


図 3-2.5.2-18 AX41 合金押出材の疲労特性の一例
(母材の平面曲げ疲労試験結果)

② 高強度マグネシウム材（厚板）作製の基礎的検討【相模原分室】

難燃性マグネシウム合金展伸材の次世代高速車両用構体への実用化を目指し、難燃性に優れた板厚 3 mm 以上で引張強さ 350 MPa、伸び 13%以上を有するマグネシウム合金板材作製を実施した。開発した AZX811 (Mg-8Al-1Zn-1Ca mass%) 合金板厚 3 mm 圧延材において、ラボスケールおよび実機での目標を達成した。2016 年からは圧延材のスケールアップおよび多用途展開や信頼性向上を意図した成形性や疲労特性の取得により工業化に向けた取り組みを行った。具体的には板厚 6 mm 以上で引張強さ 360 MPa、伸び 15%以上、幅方向には板厚 3 mm で幅 500 mm にスケールアップした難燃性を有するマグネシウム合金圧延材の作製と技術開発を行った。詳細を以下に示す。

②-1. 高速圧延合金作製のための溶解・鋳造・熱処理プロセス技術開発

ラボレベルにおいて優れた特性を示した AMX1001 (Mg-10Al-0.2Mn-1Ca mass%) 合金を基本組成として取り組みを開始した後、名古屋守山分室（産総研）との連携により、Al 及び Zn 添加量が引張特性に及ぼす影響を調査した。2015 年度までに AZX811 (Mg-8Al-1Zn-1Ca mass%) 難燃性マグネシウム合金を一次合金組成とした。

難燃性マグネシウム合金の溶湯は表面に Ca 酸化物の皮膜を作り燃焼が抑制されるが、材料の溶解時には発火の可能性があるため、坩堝内の密閉性を高め、酸素の流入を抑止した。発火を防ぐことでスラグ量および鋳造材に含まれる介在物量は従来の 1/4 に減少し、溶湯清浄化対策を実施するとその後の圧延材特性も図 3-2.5.2-19 に示す通り向上することがわかった。鋳造時には冷却速度を 12 K/s まで向上させることで、Mg 相の微細化と金属間化合物の微細分散を達成できた。鋳造材の平均粒径を従来の 800 μm から 140 μm に微細化し、金属間化合物のネットワーク状の発達を軽減させることで易加工性を有する鋳造材を作製した。AMX1001 および AZX811 鋳造材は目標とした AZX311 合金同等以上の難燃性を有していた。

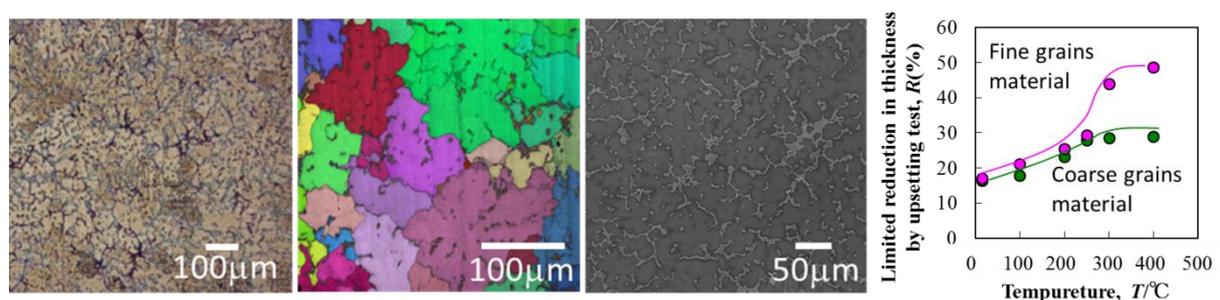


図 3-2.5.2-19 作製鋳造材の金属組織と限界圧下率

一方、幅広材においては上述の冷却速度を得ることが難しいこともあり、内部に形成される $Mg_{17}Al_{12}$ (β 相) や Al-Ca 化合物を低減し、加工性を維持するために、鋳造材の熱処理に関する影響を調査した。熱処理温度が 400°C で 48 時間熱処理をしても β 相が残存するものの、高温である 490°C では 3 時間以上の処理により β 相が溶解し、Al-Ca 化合物が部分熔融し Mg 相に微細分散した。熱処理により鋳造材の機械的性質が向上し、すえ込み加工率が向上したが、これは結晶粒界に微細分散した Al-Ca 化合

物が核生成サイトとなり動的再結晶を引き起こしたためと考えられる。なお、冷却を付与した鋳造材と冷却を付与せず鋳造後に熱処理した鋳造材の圧延加工性に変化はなく、Mg 相の微細化と Al-Ca 化合物を微細分散させることが易加工に有効であった。

2015 年度以降は、これまでに得た溶解・鋳造・熱処理技術の知見を基に、開発合金組成を Mg-8Al-1Zn-1Ca (mass%、以下 AZX811 合金) とし、厚板・幅広鋳造材作製に関する技術開発を行った。鋳造材のスケールアップに伴い溶解量を約 4 倍に増加させたが、Mg 材のロット間バラツキの原因となる成分揺らぎはラボスケール同様、主要成分の濃度範囲を±0.2%以内、鉄分濃度を 30ppm 未満に制御できる溶解技術を確立した。鋳造中の溶湯が大気に接触する時間を最小限に留め、ラボスケール材と比較して厚板鋳造材は約 2 倍、幅広鋳造材は 10 倍（鋳造板幅 550 mm）の大きさの鋳造材を作製した（図 3-2.5.2-20）。厚板鋳造材は熱容量が増加したが、冷却を付与することで Mg 相の粒径は 280 μm を示し β 相および Al-Ca 化合物を微細分散できた。一方、幅広鋳造材は体積の増加量が大きいため冷却を付与せず鋳造すると、冷却を付与した厚板鋳造材と比較して Mg 相が粗大化し強度と伸びが低下した。鋳造時に晶出する金属間化合物は、圧延加工時の動的再結晶粒の生成サイトとなり得るため、微細分散していることが望ましい。XRD を用いて定性分析を行うことで、β 相は Mg₁₇Al₁₂ 相、Al-Ca 化合物は Al₂Ca であることを特定した。鋳造材は、共晶点温度に対して -10℃～+30℃の範囲における高温短時間の熱処理を施すことで金属間化合物の面積割合が低下し、引張強さと伸びは熱処理により改善した。鋳造材の限界圧下率は室温から 200℃では 10%、300℃では 14%であったが、高温熱処理を鋳造材に施すことで、限界圧下率は 200℃では 14%、300℃では 20%に向上した。β 相の固溶と Al-Ca 化合物の微細分散させることで鋳造材を易加工化でき、ラボスケールで導出した熱処理技術は厚板・幅広化した鋳造材にも効果を発揮した。

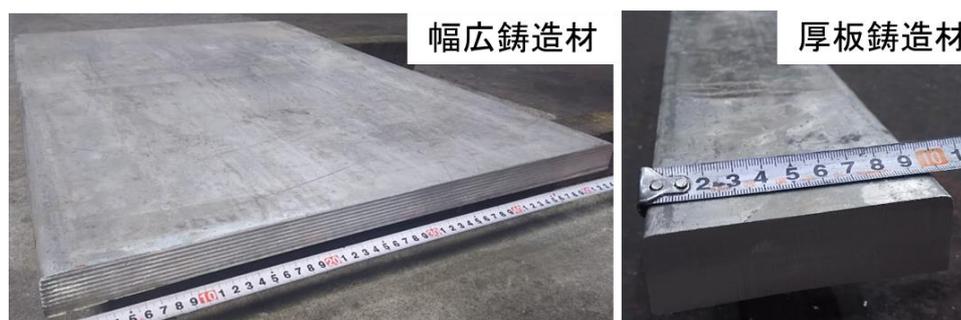


図 3-2.5.2-20 AZX811 合金鋳造材外観像

②-2. 車両構体向け圧延中板開発のための加工プロセス技術開発

②-2-1. 難燃性 Mg 合金板厚 3 mm 幅広材の機械的特性と工業化への取り組み

2015 年度までに高強度高延性を有する板厚 3 mm の板材作製と高強度化に及ぼす圧延加工因子と組織の影響を調査した。圧延加工では試料保持温度が高く、ロール速度が高速になるほど到達強度は低下する傾向にあり、総圧下率が 60%を超えると Al-Ca 金属間化合物が圧延方向に配列した。圧延加工では Mg 相の結晶粒微細化と Al-Ca 化合物の粉碎および Mg 相への微細分散が高強度化に対して有効であった。図 3-2.5.2-

21 に示すように総圧下率が 60%程度を境に強度と結晶粒の関係が 2 段型になることを明らかにし、加工初期段階での強度向上と加工後半での動的再結晶による延性改善が重要であった。

この傾向を利用し、加工前半を粗圧延、後半を仕上げ圧延と位置付け、仕上圧延において試料温度を 450℃、ロール温度を 80℃とすることで AMX1001 においては圧延加工のみで UTS : 358MPa、El : 14.8%を得た。また、UTS : 361MPa を有する高強度圧延材に対しては 180℃の熱処理を付与することで UTS : 352MPa、El : 13.3%を示し、どちらのプロセスにおいても第一目標値を達成できた。名古屋守山分室（産総研）との連携において導出した AZX811 合金においても同様の機械的特性が得られ、圧延加工のみで UTS : 354MPa、El : 13.2%、熱処理を付与することで UTS : 354MPa、El : 14.5%を得た。

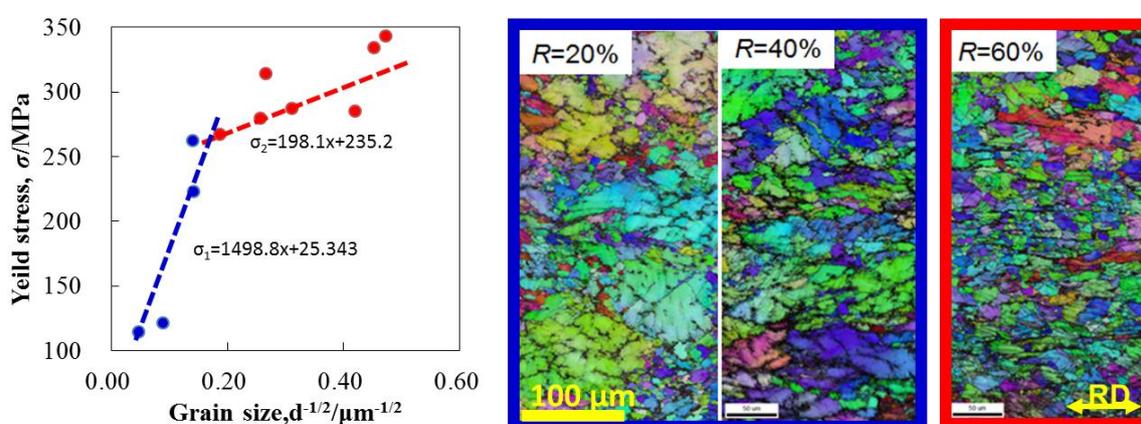


図 3-2.5.2-21 圧延板の結晶粒径と強度の関係及び各圧下率における組織

板厚 3 mm 材は 2015 年度までに開発した AZX811 合金と圧延加工プロセスの基礎的知見を基に、実機を用いた板幅 300 mm 材の加工プロセス技術開発を行った。圧延加工による高強度高延性化には粗圧延後の熱処理により Mg 相の粒径を 30 μm 以下にすることが重要であった。このプロセスを適用することで板幅を 300 mm まで幅広化しても耐力と引張強さは 307 MPa と 357 MPa、伸びは 14%を得ることができた。また、熱処理による金属間化合物の微細分散により、圧延方向に対して 90°方向では耐力と引張強さは 299 MPa と 355 MPa、伸びは 15%を示し、強度と伸びを維持しながら機械的特性の面内異方性も軽微であった（図 3-2.5.2-22）。実機による高強度高延性化を達成できたことから、実機を用いた国内最大級板幅（板幅 520 mm）圧延材の作製に着手した（図 3-2.5.2-23）。圧延加工プロセスをそのまま適用すると、板幅 300 mm 材と比較して Mg 相が粗大化していたことから、仕上げ圧延時の温度を 300℃にした結果、圧延方向に対し 0°方向では耐力と引張強さは 298 MPa と 330 MPa を示し、伸びは 13%であった。圧延方向に対して 90°方向では耐力と引張強さは 290 MPa と 329 MPa を示し、伸びは 12%を示した。板幅端部では耐力と引張強さは 298 MPa と 332 MPa を示し、伸びは 13%であった。仕上げ圧延温度を 300℃とすることで、板幅 520 mm 圧延材の板幅中央及び端部での機械的特性差は軽微であった。

研究ターゲットである鉄道部材の場合、組立誤差を低減させるために、板材の寸法精度の向上が求められることから、スケールアップに伴う寸法精度向上に関して調査を行った。幅広材の圧延時にレーザー変位計を用いて板幅中央部及び板幅端部の板厚測定を行うと、総圧下率が増加するほど狙い板厚と実板厚との差は小さくなる傾向が見られた。狙い板厚に対する上記の板厚差の割合は、圧下率増加に伴い増加した。3 mm まで加工を行うと板厚差は ± 0.12 mm となったことから、板厚 3 mm における板厚差を JIS 公差内に収めるためには、0.02 mm 以上の板面の研磨及び板の伸直度を向上させることが有効であることが示唆された。また、圧延後の板は波形状となることがあるため、板の平坦度を向上させるための方法としてローラーレベラーと温間矯正を施行した。板厚 3 mm 材×板幅 300 mm×板長 1000 mm 材の最大高さは 2.2 mm であったが、ローラーレベラーにより最大高さを 0.7 mm に低減できた。板厚 1 mm×板幅 520 mm×板長 2400 mm の最大高さは 50 mm であり、長尺化するほど最大高さは高くなったが温間矯正で波形状を低減することができた。(図 3-2.5.2-24)

開発合金 AZX811 の難燃性は AZX311 合金を凌駕したため、標準化すべく JIS 規格化の提案を行い、2018 年 3 月 20 日付の改正により JIS H 4201 に定められる展伸材規格に開発合金 AZX811 が組み込まれた。

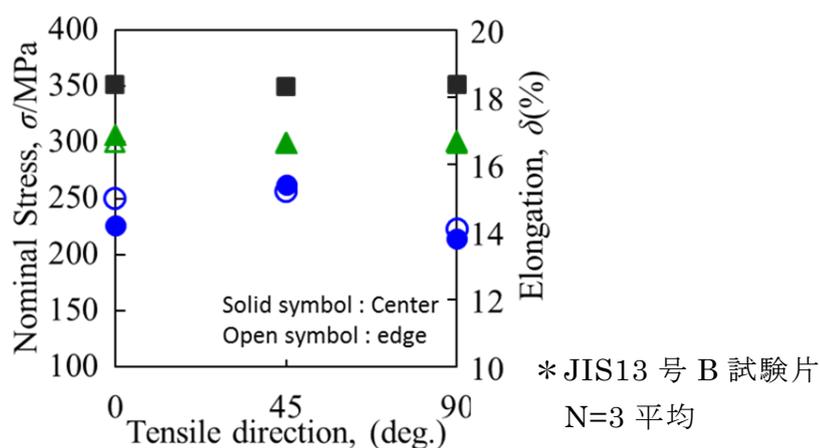


図 3-2.5.2-22 AZX811 合金板幅 300 mm 圧延板の機械的性質

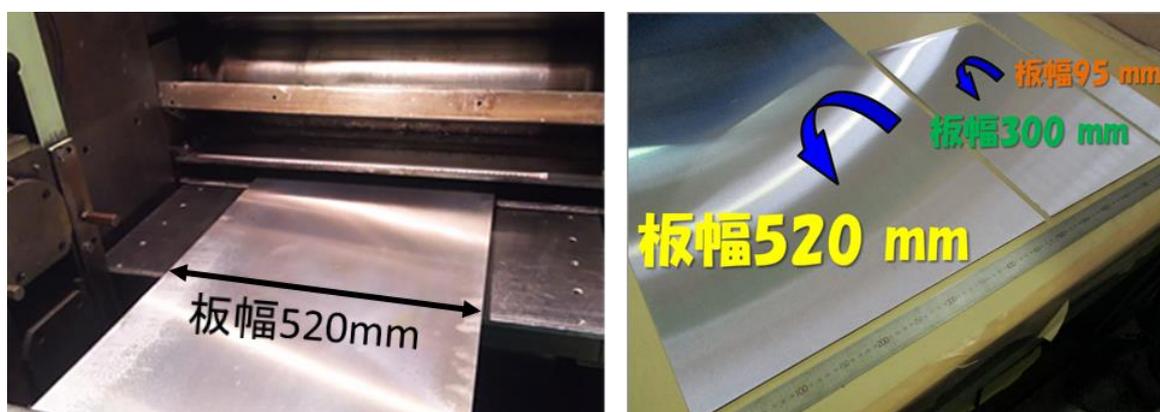


図 3-2.5.2-23 AZX811 合金国内最大級幅の圧延板材外観像

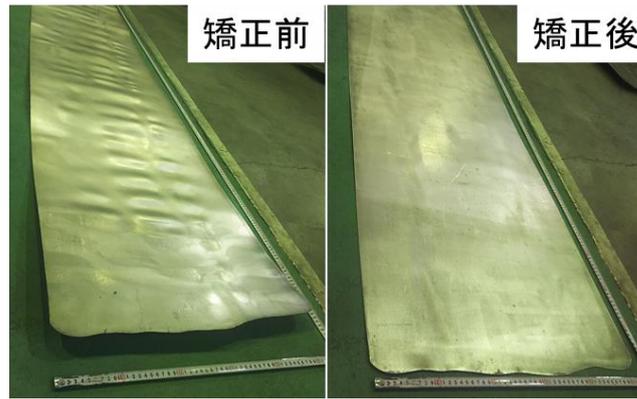


図 3-2.5.2-24 AZX811 温間矯正前後の圧延板外観像

② -2-2. 難燃性 Mg 合金板厚 6 mm 厚板材の機械的特性

開発した板厚 3 mm 高強度高延性材作製のプロセスを基に、板厚 3 mm から板厚 6 mm への厚板化技術開発を 2016 度から着手した。厚板鋳造材を熱間多パス圧延のみで加工すると、板厚 6 mm 材の耐力と引張強さは 275 MPa と 340 MPa、伸びは 9% を示し、熱間多パス圧延のみでの高強度高延性化は困難であることがわかった。第二中間目標値と比較して伸びが不足していることから、引張試験片の破断部近傍を観察すると、金属間化合物を起点として破断していることがわかった。2015 年度までの基礎的知見により、総圧下率 52% までを粗圧延とし、粗圧延後に 460℃×1 時間の熱処理を施すと Mg 相の粒径は 22 μm の等軸粒を示し混粒組織が解消された。粗圧延後の熱処理により金属間化合物の面積割合は 12% から 3.6% に減少し、圧延方向と平行に配列するラメラ状の金属間化合物は Mg 相内に再度微細分散した。仕上げ圧延はロール温度と試料温度を変化させることで引張強さと伸びに差が見られ、ロール温度 150℃、試料温度 300℃ で仕上げ圧延を行うと Mg 相の粒径は 13 μm を示し、板厚中心部において耐力と引張強さは 300 MPa と 360 MPa を示し、伸びは 12% が得られた。板厚表面における耐力と引張強さは 300 MPa と 356 MPa を示し、伸びは 14% であることから、板厚方向に対する強度のバラツキは小さいことがわかった。仕上げ圧延をロール温度 200℃、板温度 275℃ とすることで引張強さと伸びは 363 MPa と 15% を示し、第二中間目標を達成した。板厚 6 mm 材においても粗大粒の周りを微細粒が取り囲むバイモーダル組織の様相を呈しており、この板材を XRD にて(0002)面集合組織の測定を行うと、強度は 11.0 を示し集合組織は圧延方向にわずかに広がりを見せた (図 3-2.5.2-25)。

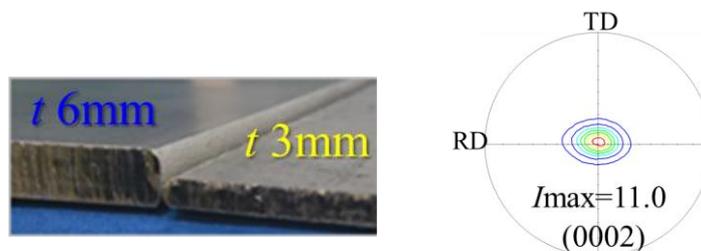


図 3-2.5.2-25 厚板圧延材の外観及び板厚 6mm 材の(0002)面集合組織

②-2-3. 難燃性 Mg 合金板厚 3 mm 幅広材の諸特性及び構体部材の作製

構体部材の作製には 2016 年から着手した。作製した板厚 3 mm 高強度高延性材の基礎物性を測定すると、熱伝導率は $512 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 、電気抵抗率は $1.27 \times 10^{-1} \mu\Omega \cdot \text{m}$ 、ヤング率、剛性率、ポアソン比は圧延と平行方向で 46.7GP、17.2GPa、0.36、直角方向で 46.1GPa、17.0GPa、0.35 であり、一般的な Mg 合金と比較して同等の特性を示すことがわかった。板厚 3 mm 及び板厚 6 mm の高強度高延性材の成形性調査を V 曲げ試験にて行くと、パンチ R と板厚 t の比が 1 ($R/t=1$) の場合において加工温度 200°C から曲げ加工が可能であった。割れは曲げ時のせん断変形に沿って導入し、アルミニウム合金と同様の破壊形態であった。

板厚 3 mm 材の疲労試験は平面曲げ疲労試験により実施し、繰返し数を 10^7 回として S-N 線図を取得した。疲労強度は圧延方向に対し 0° と 90° 方向において、両振り（応力比 $R=-1$ ）で 140 MPa と 120 MPa、片振り（応力比 $R=0$ ）で 85 MPa と 100 MPa を示し、汎用合金 AZX611 と比較して疲労強度は高い値を示した。また、破断した破面と板面を SEM 観察すると、き裂は圧延方向に配列する Al-Ca 化合物に沿って入ることが確認できた。接合特性は接合 WG と連携してデータの取得を行い、 $R=-1$ における疲労強度は、MIG 材は 70 MPa、TIG 材は 83 MPa、FSW 材は 135 MPa となった。 $R=0$ における疲労強度は、MIG 材は 56 MPa、TIG 材は 70 MPa、FSW 材は 97 MPa となった（MIG 材及び TIG 材は余盛あり）。 $R=0$ の場合、TIG 材及び FSW 材は接合表面と裏面のどちらの面を引張応力側として試験するかで疲労強度に差が見られ、引張応力側から破断した。MIG 材は TIG 材と同等、FSW 材は母材と同等の結果を得たが、これは MIG 材は TIG 材と同様に熔融接合であり、FSW 材は摩擦攪拌接合により攪拌部の結晶粒と金属間化合物が微細化しているためと考えられる。MIG 接合材の平面曲げ疲労試験片の観察を行うと、破断は HAZ 部で発生し、片振り（応力比 $R=0$ ）においては引張応力側から破断しており、破面形態は母材と同様であった（図 3-2.5.2-26）。

開発合金板材の高速車両構体の早期実用化を目指し、2016 年度は側パネル構体（シングルスキン）、2017 年度は簡易モックアップ構体の作製を通して技術構築を行った。側パネル構体に資する部材は、幅広材の圧延加工、サーボプレスによる温間プレス加工、切削加工を施し側柱を作製し、側パネル構体作製に寄与した。側柱の R 部は R8 指定があり、加工温度を制御することで目的形状を得た（図 3-2.5.2-27）。簡易モックアップ構体に資する部材は、薄板であるものの板幅が国内最大級幅の床板用板材（板厚 1 mm × 板幅 500 mm × 板長さ 1245 mm）があり、幅広鋳造材を用いて熱間多パス圧延、温間矯正を行い作製した。その他、補強用板材（板厚 6 mm × 板幅 139 mm × 板長さ 225 mm : C15 加工）では切削加工、床板用骨組とクリップの作製ではプレス加工が必要となり、加工温度を制御することで目的形状を得た（図 3-2.1.1-28）。開発合金を用いた構体製造により、FSW、MIG 接合、ボルト締結、接着等が可能であることが実証された。

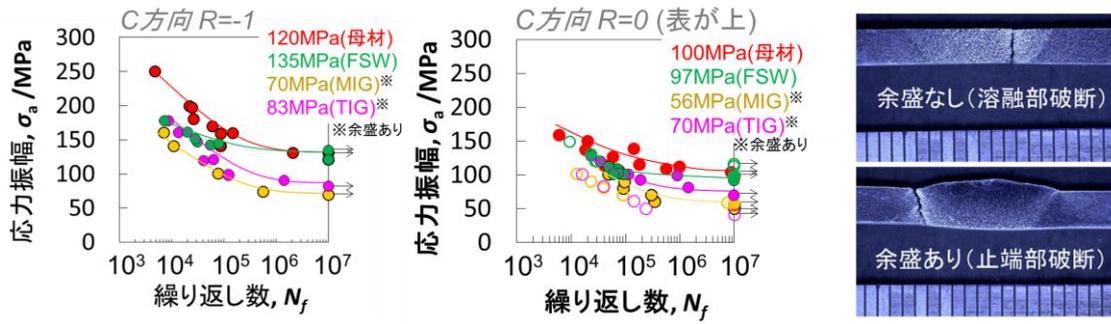


図 3-2.5.2-26 板厚 3 mm 高強度高延性材の疲労試験 (C 方向)

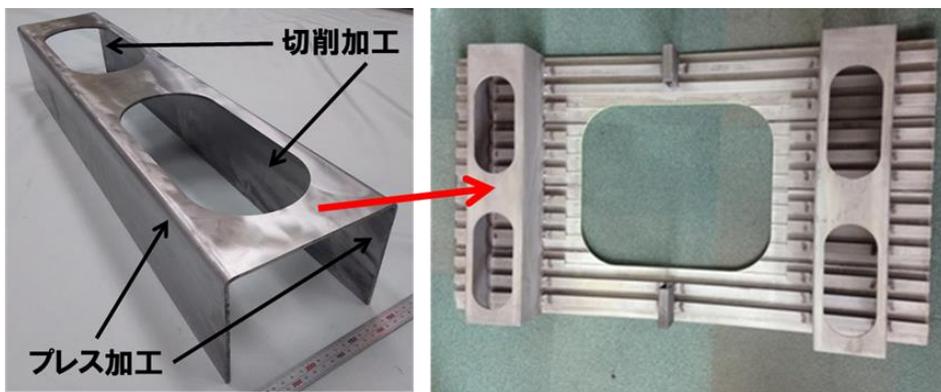


図 3-2.5.2-27 AZX811 合金側柱及びシングルスキン形材の側パネル構体の外観像⁹⁾

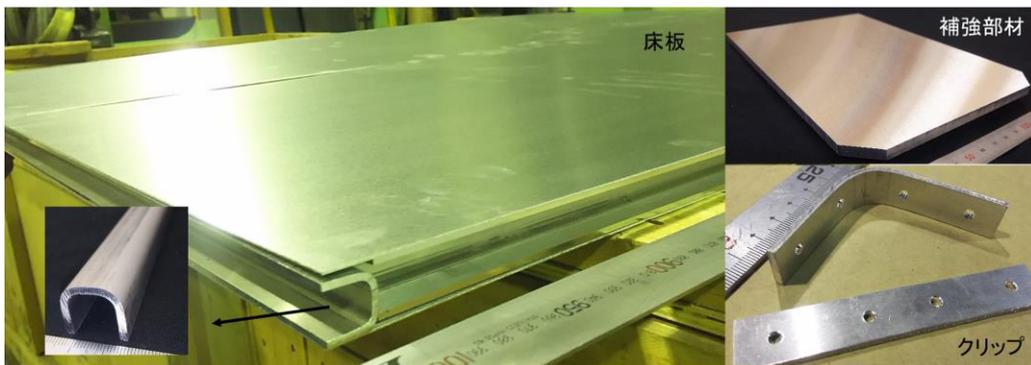


図 3-2.5.2-28 AZX811 合金簡易モックアップ構体部材の外観像

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.5.2-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	1	0	1	0	0	0	3	0	0
2014FY	1	0	8	3	0	0	5	3	1
2015FY	2	0	21	2	2	2	5	1	1
2016FY	1	0	18	3	3	8	4	2	1
2017FY	2	0	9	1	0	4	5	0	2
合計	7	0	57	9	5	14	22	6	5

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.5.2-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2013FY	0	0	0
2014FY	1	0	0
2015FY	1	0	0
2016FY	1	0	0
2017FY	0	0	0
合計	3	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.5.2.3 参考文献

- 1) 目崎達也ほか、「Mg-Al-Ca-Mn系希薄合金押し出し材のマイクロ組織および機械的性質に及ぼす押し出し温度の影響」、軽金属学会第123回秋期大会講演概要、(2012)、213-214.
- 2) 松本泰誠ほか、「Mg-Al-Ca-Mn系マグネシウム合金の押し出し特性」、軽金属学会第124回春期大会講演概要、(2013)、117-118.
- 3) M. Noda et al., Thermal Stability, Formability, and Mechanical Properties of a High-Strength Rolled Flame-Resistant Magnesium Alloy, Light Metal Alloys Applications, InTech (2013), 126-144.

- 4) 森久史、藤野謙司、栗田健、千野靖正、斎藤尚文、野田雅史、駒井浩、小原久、「高速鉄道車両への難燃性マグネシウム合金の適用」、まてりあ Vol.52 (2013) pp.484-490.
- 5) 森久史「高速鉄道車両開発に向けた軽量金属材料への期待」、軽金属学会東海支部平成 26 年度第一回講演会資料 (2014 年 4 月 30 日 名古屋) .
- 6) 鈴木康文「アルミニウム合金による鉄道車両の軽量化と今後の課題」、軽金属、Vol.60 (2010)、pp.565-570.
- 7) 鉄道車両工業会ホームページ資料
- 8) 日本自動車工業会ホームページ資料
- 9) 畑山直史、竹内久司、栄輝、杉本明男「新幹線車両用アルミニウム合金製押出部材の技術開発」、神戸製鋼技報 Vol. 58、No. 3、pp.55-61.

2.5.3 [テーマ番号 17] 高強度マグネシウム材(薄板)の開発 (2013年度～2017年度)

2.5.3.1 テーマの概要

(1) 背景と目的

マグネシウムは、実用金属の中で最も軽量であり、また優れた比強度を有することから、輸送機器のための新たな構造材料として注目されている。しかし、汎用のマグネシウム合金は発火温度が低く、固相線温度よりも高い温度に昇温すると発火する材料として認識されており、特に、不燃・難燃特性の確保が必須である鉄道車両部品や航空機部品としての適用は困難とされてきた。

近年、マグネシウム合金の発火温度を高める合金開発が進められ、その結果、汎用マグネシウム合金 (Mg-Al 系合金等) にカルシウムを添加し、発火温度を飛躍的に高めた「難燃性マグネシウム合金」が開発された。本合金は優れた難燃特性を有し、日本鉄道車両機械技術協会の車両材料燃焼試験において「不燃材」の認定も受けていることから、鉄道車両用部材への適用も、小型鋳造部品に関しては進みつつある¹⁾。

今後、型材や板材を組み合わせて「大型構造体」を作り込むための要素技術を開発していく必要がある。

(2) 位置付け、目標値

現在、高速車両構体に利用されているアルミニウム合金には2種類あり、汎用型の A6N01 合金と高強度型の A7N01 合金がある。A6N01 合金に関しては屋根板、幕板、側ハリ等に利用され、A7N01 合金に関しては台枠や枕ハリ等に利用されている。そこで、本研究開発では、A6N01 合金に匹敵する機械的特性と生産性(押し出し速度)を有する難燃性マグネシウム合金押し出し材(易加工性マグネシウム材)と、A7N01 合金に匹敵する機械的特性を有する難燃性マグネシウム合金展伸材(押し出し材、板材(薄板・厚板))(高強度マグネシウム材)を開発することを目指す。

表 3-2.5.3-1 研究開発目標と根拠

研究開発項目	第二中間目標 (2017年度末)	第三中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)	根拠
高強度難燃性 新合金の開発	<ul style="list-style-type: none"> ・引張強さ$\geq 360\text{MPa}$ ・伸び$\geq 15\%$ ・AZX311 と同等以上の難燃性 	2018 年度以降、他関連テーマと統合しテーマ 34、35 に移行。当該事業原簿を参照。	2018 年度以降、他関連テーマと統合しテーマ 34、35 に移行。当該事業原簿を参照。	7000 系 Al 合金以上の比強度と伸びを実現

(3) 全体計画

全体プロジェクトの中では、材料開発と並行して接合技術、表面処理技術開発を進

めることで2021年頃の早期実用化を目指す。そのため、他の関連テーマと統合しテーマ番号 34,35 に移行する。

(4)実施体制

高強度マグネシウム合金薄板材の研究開発は大阪分室（住友電気工業株式会社）で実施している。

(5)運営管理

マグネシウムの研究に従事する組合員（アドバイザーを含む）が全員参加できる分科会を毎月開催し、具体的には、素形材加工技術 WG、接合 WG、表面処理 WG、信頼性評価 WG の分科会を4ヶ月に1回開催し、各分室および再委託先の研究進捗を報告することにより、素材開発、接合技術、表面処理、信頼性評価技術の開発を共同で推進している。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

新幹線のアルミニウム合金製車両構体をマグネシウム合金製車両構体に代替した場合の重量削減効果について、ヤング率を基準とした場合、20%程度の車両構体の軽量化を見込むことができるとの報告がある²⁾。構体の軽量化は、CO₂排出量削減に寄与するばかりで無く、車両の高速化にも大きく寄与することが知られている。仮に、新幹線の車両質量を20%軽量化することができれば、それだけで10～20km/時の営業速度アップを見込むことができるとの試算がある³⁾。ゆえに、経済的観点からは車両構体の軽量化は大きな効果を見込むことができる。

2.5.3.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.5.3-2 最終目標と達成度

研究開発項目	第三中間目標 (2020年度末)	研究開発成果	達成度※	原因・課題と解決方針 ※未達の場合のみ
高強度難燃性新合金の開発	2018年度以降、他関連テーマと統合しテーマ 34、35 に移行。当該事業原簿を参照。	—	—	—

※◎大きく上回って達成、○達成、△達成見込み、×未達

(2)研究開発の成果と意義

Al 添加量の大きく異なる Mg-Al-Ca-Mn 系合金双ロール鋳造材に圧延加工を施し、圧延加工後の時効硬化特性や機械的性質に及ぼす Al 添加量の影響を調べた。具体的には、Al を 0.7 mass% もしくは 9.0 mass%、Ca および Mn をそれぞれ 0.6 mass% および 0.15 mass% 添加した合金 (以下 0.7Al 合金、9.0Al 合金) を対象とした。検討合金の圧延まま材の機械的特性を調査した結果、0.7Al 合金は、仕上げ圧延温度 300°C の場合、0.2%耐力 268MPa の高い強度特性を示すが、仕上げ圧延温度を低く設定すると延性は大きく低下することを確認した。一方、9.0Al 合金の場合、仕上げ圧延温度を低く設定しても、10%程度の延性を維持しつつ、350 MPa の引張強さと 295 MPa の高い 0.2%耐力を得られることを明らかにした。さらに、検討合金の溶体化処理材およびピーク時効材の機械的特性を調査した結果、両合金とも溶体化処理を施すことで、20%以上の延性が得られることを確認した。また、0.7Al 合金の場合、時効処理を施しても、25%程度の高延性を維持したまま、0.2%耐力は 80 MPa も向上することを明らかにした。一方、9.0Al 合金の時効処理に伴う 0.2%耐力の強化量は 60 MPa と、0.7Al 合金よりも低く、さらに、延性は溶体化処理材の 1/2 以下にまで低下することを確認した。また、圧延 1 パスあたりの圧下率を大きくすることで、最終目標である引張強さ 360MPa 以上、伸び 15%以上の高強度、高伸びが得られることが明らかとなった。

以上より、Al を 7~10mass%程度、Ca を 0.5~1.5mass%程度添加した高 Al マグネシウム合金が難燃性高強度マグネシウム材として有望であると判断した。しかしながら、大きな圧下率での圧延は量産時には設備対応が難しいため、量産可能な水準でプロセス条件を検討する必要がある。1 パスあたりの圧下率(板厚減少量/圧延前板厚)及び圧延温度、熱処理温度のプロセス条件を最適化することで、量産可能な製造条件で引張強さ 360MPa、伸び 15.5%と 2017 年度目標値を達成した。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.5.3-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年3月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示 会へ の出 展	受賞	フォー ラム等*
	査読 付き	その 他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレ ス発 表	その 他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	1	0	0	0	0	0	1
2015FY	0	0	3	0	0	0	0	0	1
2016FY	0	0	3	0	0	0	0	0	2
2017FY	0	0	0	1	0	0	0	0	2
合計	0	0	7	1	0	0	0	0	6

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.5.3-4 特許の件数（内訳） 【2023年3月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願*
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	0	0	0
2016FY	0	0	0
2017FY	0	0	0
合計	0	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.5.3.3 参考文献

なし

2.5.4 [テーマ番号18]「高強度マグネシウム材（押出材）の開発」（2014年度～2017年度）

2.5.4.1 テーマの概要

(1)背景と目的

マグネシウムは、実用金属の中で最も軽量であり、また優れた比強度を有することから、輸送機器のための新たな構造材料として注目されている。しかし、汎用のマグネシウム合金は発火温度が低く、固相線温度よりも高い温度に昇温すると発火する材料として認識されており、特に、不燃・難燃特性の確保が必須である鉄道車両部品や航空機部品としての適用は困難とされてきた。

近年、近年、マグネシウム合金の発火温度を高める合金開発が進められ、その結果、汎用マグネシウム合金（Mg-Al系合金等）にカルシウムを添加し、発火温度を飛躍的に高めた「難燃性マグネシウム合金」が開発された。本合金は優れた難燃特性を有し、日本鉄道車両機械技術協会の車両材料燃焼試験において「不燃材」の認定も受けていることから、鉄道車両用部材への適用も、小型鋳造部品に関しては進みつつある¹⁾。

今後、難燃性マグネシウム合金を用いて輸送機器のさらなる軽量化を目指すためには、合金特性のさらなる高性能化（強度・延性の改善、生産性の改善）を目指すと同時に、型材や板材を組み合わせて「大型構造体」を作り込むための要素技術を開発していく必要がある。具体的には、大型展伸材（型材・板材）を製造するためのプロセス技術、大型展伸材を組み立てるための接合技術、及び耐食性を確保する技術が必要である。そこで、本研究開発では、難燃性マグネシウム合金展伸材を鉄道車両用部材（高速車両構体）に適用するための基礎技術を構築することを目的とし、難燃性マグネシウム合金の材料特性（機械的特性、生産性）をさらに改善するための合金設計技術開発、開発した合金の信頼性（難燃性、疲労特性、接合特性、耐食性等）を確保するための特性改善技術、評価技術の構築を目指す。

(2)目標値

長洲分室では、高速車両構体のうち、床材、梁材といった、より高い機械的特性を要求される部材への適用を想定した、高強度材の研究開発を行っている。

表 3-2.5.4-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
高強度マグネシウム材の開発 (2014～2017年度)	引張強度： 350MPa以上 伸び：13%以上 難燃性：AZX311以上を満足する合金の開発	引張強度： 360MPa以上 伸び：15%以上 難燃性：AZX311以上を満足する合金の開発	2018年度以降 テーマ34、35で研究を継続実施。	

(3)全体計画

本研究開発では、高速車両構体に利用されているアルミニウム合金（A7N01）に匹敵する機械的特性を有する難燃性マグネシウム合金展伸材を開発することを目標としている。本研究開発では進捗とともに実施事項と適する体制を組み、連携して開発を進める計画としたことから、具体的には(4)実施体制を参照されたい。また、2018年度以降はテーマ 34、テーマ 35、テーマ 60 に移行した。

(4)実施体制

本研究では、2015年度までにおいては、6つの分室が共同で、素材の開発を担当する「材料WG」、開発材料の信頼性を改善・評価するための技術を開発する「接合WG」、「耐食性WG」、「発火特性WG」を形成し、各WGが連携して課題の解決を目指した。

長洲分室は、2015年度まで、「材料WG」高強度材の研究開発を担当し、押出加工工程における研究開発を不二ライトメタル(株)が、溶解・鋳造工程における研究開発を再委託1機関が行った。また、ラボサイズの実験を名古屋守山分室（(国立研究開発法人)産業技術総合研究所）が行い、科学的根拠に基づく合金の設計指針、プロセス最適化において連携した。

2016年度以降は、マグネシウムに関連する8つの分室が共同で難燃性マグネシウム合金展伸材を鉄道車両用部材（高速車両構体）に適用するための基礎技術を構築することを目指し後述の体制を構築した。2015年度までに開発した合金を対象として、複雑形状部材の加工・製造技術を開発する「素形材加工技術WG」、信頼性（疲労特性・破壊特性等）を系統的に明らかにする「信頼性評価・標準化WG」、表面処理技術の構築や耐食性を系統的に明らかにする「表面処理WG」、接合技術の構築を目指す「接合WG」を構築し、研究開発を遂行した。

各分室において2016年度までに得られた研究開発成果を結集し、2017年度は鉄道車両構体の1/1断面形状モデル（構体長さ1m）を作製するため8分室が協力して各部材の作製、組立、および表面処理を行った。

研究開発を推進するにあたっては、エンドユーザー（鉄道会社・車両メーカー）が低コストかつ安全に構体を製造するための技術や、マグネシウム合金を用いて構造体を設計するため技術等を統合的に構築していく必要がある。そのため、本研究開発では、エンドユーザーをオブザーバーとして招聘し、マグネシウム合金を利用して構造体を作製するための仕様について、アドバイスを受けつつ研究開発を推進している。長洲分室では、高強度材の研究開発を担当し、押出加工工程における研究開発を不二ライトメタル(株)が、溶解・鋳造工程における研究開発を再委託1機関が行う。また、ラボサイズの実験を名古屋守山分室（(国立研究開発法人)産業技術総合研究所）が行い、科学的根拠に基づく合金の設計指針、プロセス最適化において連携する。

(5)運営管理

本プロジェクトの研究開発における進捗報告および議論を行うプロジェクト特化会合、およびマグネシウムの研究に従事する組合員（アドバイザーを含む）が全員参加

できる車両構体製作分科会を毎月開催している。具体的には、プロジェクト特化会合は素形材加工技術 WG、信頼性評価・標準化 WG、表面処理 WG、接合 WG を各 3 回ずつ、計 12 回開催している。この会合は、研究進捗を報告する場として機能するだけでなく、合金組成を選定する上で機械的特性以外に押さえておくべき特性の抽出、高速車両構体に難燃性マグネシウム合金を適用する上で予め評価しておくべき項目の洗い出し、接合試験や耐食性試験を行う際に必要となる試験片の手配等を行う場としても機能しており、プロジェクトの進捗を調整する場としても機能している。

また、2014 年 11 月に開催された軽金属学会秋期講演大会から設立されているテーマセッション「難燃性マグネシウム合金展伸部材創製のための最新技術開発」が継続して立ち上げられており、プロジェクトで得られた成果が公の場で議論されている。2017 年度は春期講演大会（2017 年 5 月開催、名古屋大学）においてプロジェクトに関する口頭発表が計 12 件、秋期講演大会（2017 年 11 月開催、宇都宮大学）において口頭発表が計 13 件報告され、以降も定期的に議論の場が設けられている。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030 年度）

新幹線のアルミニウム合金製車両構体をマグネシウム合金製車両構体に代替した場合の重量削減効果について、ヤング率を基準とした場合、20%程度の車両構体の軽量化を見込むことができるとの報告がある²⁾。構体の軽量化は、CO₂排出量削減に寄与するばかりでなく、車両の高速化にも大きく寄与することが知られている。仮に、新幹線の車両質量を 20%軽量化することができれば、それだけで 10~20km/時の営業速度アップを見込むことができるとの試算がある³⁾。ゆえに、経済的観点からは車両構体の軽量化は大きな効果を見込むことができる。

なお、新幹線車両の年間生産台数は 385 台/年（2013 年）であり、四輪車の年間生産台数（約 1,000 万台：2013 年）の 0.004%程度である^{4) 5)}。また、動力として電気を利用していることを考慮すると、新幹線の重量減に伴う CO₂削減効果は、四輪車のそれと比較すると小さいものであると言える。

一方、新幹線のアルミニウム合金製車両構体をマグネシウム合金製車両構体に代替できた場合、マグネシウム展伸材の大きな需要増加を見込むことができる。例えば、車両構体（屋根・側構体、妻構体、台枠）に利用されるアルミニウム合金は 1 両当たり約 7t である。上記部品を全てマグネシウムに置き換え、部品は同一形状であると仮定した場合、1 両当たり約 6t の需要が生まれることになる（Mg 置換により車両重量が 20%減少する場合）。車両製造が 1 年当たり 400 両と仮定すると（385 両：2013 年）⁴⁾、2,400t の需要が生まれることになる。なお、国内におけるマグネシウム合金展伸材需要は約 700t/年（2014 年）であり⁶⁾、プロジェクトの成果により、仮に、側構体だけでもマグネシウム合金に置き換えることができれば、それだけで、国内の展伸材需要を倍増させることが可能となる。このように、本プロジェクトの成果により、輸送機器構造部材にマグネシウム合金の適用を加速させることができれば、マグネシウム合金産業構造自体を変革させることが可能である。

2.5.4.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.5.4-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (2022年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
高強度マグネシウム材の開発	2018年度以降テーマ34、35で研究を継続実施。	-	-	-

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

高濃度にAlを添加した高強度難燃性Mg合金について、2013年度は、主要添加元素AlおよびCaの濃度を变化させた鑄造合金を作製し、その鑄造材を押出加工に供し、それぞれの押出加工性について評価した。また、2014年度に押出材の組織および機械的特性を評価し、実用スケールの材料における高強度Mg合金組成の導出を推進した。押出加工は、安定的に良品形材が得られる押出加工条件を予め導出し、生産実機における想定生産条件と互換性のあるパイロットスケールの適正な押出条件で行った。

合金組成により、押出加工性は大きく異なり、押出加工時の最大荷重で20%近い差が認められた。金属組織においては、Ca添加量の増加に伴い、Al₂Ca化合物の増加が認められた。また、Alを特に高濃度添加した合金組成では、Mg₁₇Al₁₂相の増加が顕著であった。

機械的特性は、強度、耐力、伸びそれぞれ異なる組成で最大を示したが、押出加工時の最大押出荷重との明確な相関関係は認められなかった。各種分析・評価結果を照らし合わせると、実用スケール材料において、特に粗大なAl₂Ca化合物の増加が押出加工性を低下させることが判明した。

これらの結果から最大押出荷重の上昇は、生産実機のマシンパワー不足につながる要素であるため、2015年度はAl₂Ca化合物を固溶させる目的で、各種合金について熱処理を施し押出・評価に供した。その結果、多くの合金組成において、最大押出荷重の低下が認められた。その低下幅は合金組成によって異なるが、主要添加元素の濃度とある程度の相関関係が認められた。また、機械的特性についても変化が認められ、こちらも同様に主要添加元素の濃度と相関関係が認められた。特に一部の組成では、熱処理により最大押出荷重が低下するとともに、強度、耐力、伸びすべてが向上する結果が得られ、高強度な開発合金（以下、AX92合金と呼称する）の導出に成功した。

2016～2017年度は、高強度の開発合金であるAX92合金ビレットの製造プロセスが合金組織に与える影響を調査した。従来の金型鑄造ビレット（以後、「従来方案ビレット」と記述する）と比較して、凝固組織が微細となるように鑄造方案を改良したビレットは、押出加工することでさらなる機械特性の向上が期待された。そこで、AX92合金について生産スケール材である直径12インチの大径ビレット（φ320×

400mm) を上記の凝固組織が微細になる鋳造方案 (以後、「改良方案ビレット」と記述する) により製作し、熱処理材の試作および評価を行った。製作したビレットを、熱処理炉を用いて熱処理時間および温度を変化させて熱処理を行い、組織観察およびビッカース硬さ測定を実施することで、化合物相の量や比率、マイクロ組織に及ぼす影響について評価を行った。その結果、改良方案ビレットは従来方案ビレットよりも凝固組織が微細であることを確認することができた。また、改良方案ビレットにおいても従来方案ビレットと同様に高温熱処理によってネットワーク状の Al_2Ca 相が球状化することを確認することができた。

従来方案および改良方案ビレットにおけるビッカース硬さ測定を行った結果、改良方案ビレットは従来方案ビレットと比較して高い硬さが得られた。また、熱処理することにより硬さが上昇する結果が得られた。これは主要元素である Al が Mg 母相中に固溶したことが原因であると考えられる。従来方案および改良方案ビレットを同一の押出条件で試験押出を行い、得られた型材の組織観察を行った。従来方案ビレット押出材では、熱処理で球状化しきれなかった Al_2Ca が塊状に点在している。対して改良方案ビレットでは球状化・分散した Al_2Ca が支配的であり、明確な組織の差が確認された。AX92 合金について生産スケール材である 12 インチの改良方案ビレットは、その凝固組織が従来方案ビレットよりも微細であり、これまでと同様に高温熱処理を行うことで Al_2Ca 相が球状化する組織制御が可能であり、押出材組織も良好となることを確認した。

高速鉄道車両構体の 1/1 スケール断面簡易モックアップのうち、床材 2 種、横梁材 1 種の 3 種の型材について作製した。T リブ×3 床材は材料流動速度差が想定よりも大きく反りが発生したため、条件修正を行うことで JIS H 4204 を満足する型材を取得した。T リブ×1 床材は、溶接継手部の肉厚が厚く材料流動が速いため、断面の左から右に向かって曲がりが発生した。これに対して、押出条件を変化させることで良好な真直性を有する型材を取得した。これによって接合において問題となる隙間が無い良好な床板材の作製に成功した。

横梁材は長尺方向左右の反り曲がり非常に激しくなる傾向にあったが、押出条件を繰り返し精査することで JIS H 4204 を満足する型材を取得することに成功した。当該部材の精度は押出速度に対する依存性が高く、適正な速度範囲を超過すると大きく曲がりが発生する傾向にあり、その速度範囲は非常に狭いことが判明した。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.5.4-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	2	0	0	0	0	0	1
2015FY	0	0	3	0	0	0	0	0	1
2016FY	2	0	2	0	0	0	0	0	1
2017FY	0	0	0	0	0	0	0	0	2
2018FY	1	0	0	0	0	0	0	0	0
2019FY	1	0	3	0	0	0	0	0	0
合計	4	0	10	0	0	0	0	0	5

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.5.4-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	0	0	0
2016FY	1	0	0
2017FY	0	0	0
2018FY	0	0	0
2019FY	1	0	0
合計	2	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.5.4.3 参考文献

- 1) 森 久史、藤野 謙司、栗田 健、千野 靖正、斎藤 尚文、野田 雅史、駒井 浩、小原 久、「高速鉄道車両への難燃性マグネシウム合金の適用」、まてりあ Vol.52 pp.484-490. (2013)
- 2) 森 久史「高速鉄道車両開発に向けた軽量金属材料への期待」、軽金属学会東海支

部平成 26 年度第一回講演会資料（2014 年 4 月 30 日 名古屋）

- 3) 鈴木 康文「アルミニウム合金による鉄道車両の軽量化と今後の課題」、軽金属 Vol.60 pp.565-570. (2010)
- 4) 鉄道車両工業会ホームページ資料
- 5) 日本自動車工業会ホームページ資料
- 6) 日本マグネシウム協会ホームページ資料

2.5.5 [テーマ番号 19] 「難燃性マグネシウム合金の耐食技術の開発」 (2014 年度～2017 年度)

2.5.5.1 テーマの概要

(1)背景と目的

本研究テーマでは、難燃性マグネシウム合金を屋外環境で使用することを想定し、大型展伸部材の耐食性を保証するための評価技術を構築し、更には耐食性を付与するための最適な表面処理を確立するものである。具体的には、母材、表面処理材を対象として実環境を想定した暴露試験及び腐食促進試験を並行して実施し、実環境における耐食性、表面処理手法の効果、実用に則した加速試験手法を提案する。また、その過程において大型展伸部材に耐食性を付与するために最適な表面処理の最適化を実施するものとする。

(1)-1：鉄道車両構体に適する表面処理技術の開発

①難燃性マグネシウム合金塗装仕様の最適化及び腐食促進試験法の選定

【大日本塗料】

②難燃性マグネシウム合金の化成皮膜系塗装下地処理膜の最適化、及び母材の腐食特性評価【ミリオン化学】

マグネシウム塗装の塗装表面処理に関しては様々な実績があるが、いずれも小物部品主体であり、且つ表面処理も複雑な化成処理工程が採用され、塗装も強固な高温焼付塗装が採用されている。対象用途もパソコンや携帯等の室内用途の部材が多く耐腐食性も実用上問題ない性能であり、耐食技術もほぼ確立されている。但し、その化成処理は浸漬タイプが主流であり、通常水洗処理を含むと 10 工程以上の複雑な処理となる。更に本処理にあたり対象部材のサイズに見合った処理槽等も必要とされる。よって化成処理は小物部品に限られているのが現状である。今回想定する屋外で使用される大型鉄道車両構体は、そのサイズ故にこうした複雑な処理が出来ず、しかも大型処理槽等も確保できない。加えて、その後の塗装工程も大型乾燥炉を使用しない常温乾燥型塗装を採用せねばならず、腐食に関して十分なものとはいえない。

そこで、この鉄道車両構体に適する表面処理とするため、1) 化成処理には、脱脂を含む 3 工程での簡易処理とし、塗布については浸漬型でなくシャワー型化成処理方法の開発を目指した。更に 2) 塗装は大型車両に見合った常温乾燥としプライマーの改良により、上記表面処理の工程変更に対してその性能低下分を補うものに改良し、これらの組合せにより大型マグネシウム製展伸部材に耐食性を付与するための表面処理(化成処理+塗装)を確立する為の最適化を実施するものとした。2018 年度以降、本テーマはテーマ 35『革新的マグネシウム材の鉄道車両への適用技術開発』に統合し、その実用化に向けての課題抽出と、信頼性確保に向け研究を広げる。

併せて、本表面処理仕様の最適化に関してその適正判断にあたっては、屋外環境における実暴露試験(銚子・沖縄)での腐食性評価と共に、促進試験での短期腐食評価が

必要とされ、その評価方法との関係性につき解析を実施した。

(1)-2：屋外大気暴露及び、耐食メカニズムの解明

- ③ 難燃性マグネシウム合金の陽極酸化皮膜系塗装下地処理膜の性能評価及び表面処理材の暴露試験評価【アート1】
- ④ 難燃性マグネシウム合金表面処理材の耐食メカニズムの解明【芝浦工業大学】

母材の促進試験での腐食相関性を評価する一方、屋外環境で使用した場合の大型展伸部材の腐食特性を確認するため屋外大気暴露試験を実施している。同時に部品として採用される『陽極酸化処理被膜』の屋外耐候性評価についても追加評価を実施した。併せてマグネシウム独自の腐食特性と耐食メカニズムの解明についても実施することにより、耐食性確保と信頼性の担保を実施することとした。

なお、屋外大気暴露は 2014 年度（既存マグネシウム合金）から開始し、2016 年度には新規開発マグネシウム合金の評価を進め毎年暴露懸架を進めており、母材、接合材、表面処理品の、1年・3年・5年の耐食性データは、逐次蓄積されつつある、2018 年度以降、本データは最終的にテーマ 35 へ解析を引き継ぎ、ひいてはテーマ 60『マグネシウム材の性能・寿命に関するマテリアルズ・インテグレーション（MI）活用技術の開発』でのデータベース化につなげる

(2)目標値

表 3-2.5.5-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
暴露試験 (2014～2022年度)	大気暴露試験1年目と追加試験のデータを取得。データ整理の実施。	大気暴露試験1年目と追加試験のデータ	(テーマ35にて実施)	(テーマ35・60にて実施・データベースの完成)
促進試験の策定と表面処理の適正化 (2014～2022年度)	大気暴露試験、促進試験の照合を行い、屋外で得られた結果に相関する結果を再現するための、腐食促進試験法を提案	策定した腐食促進法を用いて、表面処理膜（下地処理・塗装膜）の最適化を達成する。また接合部位の腐食性評価も実施する。	(テーマ35にて実施)	(テーマ35・60にて実施・腐食に関する信頼性データ担保する)

(3)全体計画

テーマ 19 では 2015 年度迄は既存難燃性マグネシウム合金母材の屋外大気暴露を含めた腐食特性、及び腐食メカニズムにつき評価・解析を進める一方で、屋外用途にさらされる大型鉄道車両構体に適する新規の表面処理技術の開発を進めてきた。2016 年度以降は、その開発した表面処理技術（シャワー式化成処理＋マグネシウム用下塗）を用い、『革新的マグネシウム材の開発』のプロジェクト内で全体計画として実施した「2016 年度作成の既存合金『AZ612』による車両外板接合パネル」、さらには翌年「2017 年度作成の新規開発合金『AZ91』の外板接合パネル」に適用し、マグネ合金製の外板パネルとして異常なき旨を確認した。加えて、2018 年度には「1/1 輪切りモデル構体」への適用を実施した。

なお、上記モデル構体は、梁や床面含めた実用途に即した様々な種類の新規開発マグネシウム合金が採用されており、その表面処理仕様も外板用途に限らぬ仕様となるため、それぞれの新規開発マグネシウムに対する部位別塗装仕様の提案と、それに準じた上記屋外暴露の懸架をテーマ 35 において実施し、得られたデータはテーマ 60 においてデータベースに整理を進める。

(4)実施体制

下記体制(図 3-2.5.5-1)に準じ、大日本塗料(小牧分室)が中核となり、

- ①ミリオン化学と共に、大型車両構体に適する化成処理及び塗装の最適化を実施、併せて、促進試験と屋外大気暴露の相関性とデータ蓄積を実施
- ②アート 1 では、陽極酸化を含めた屋外大気暴露(JWTC)での実監修、及び陽極酸化に対するデータ蓄積を実施
- ③芝浦工業大学では、各種試験片・及び回収暴露テストピースの解析結果より、マグネシウム合金の耐食メカニズムの解析を実施

< 委託研究 2014 年度～2017 年度(再委託先含む) >

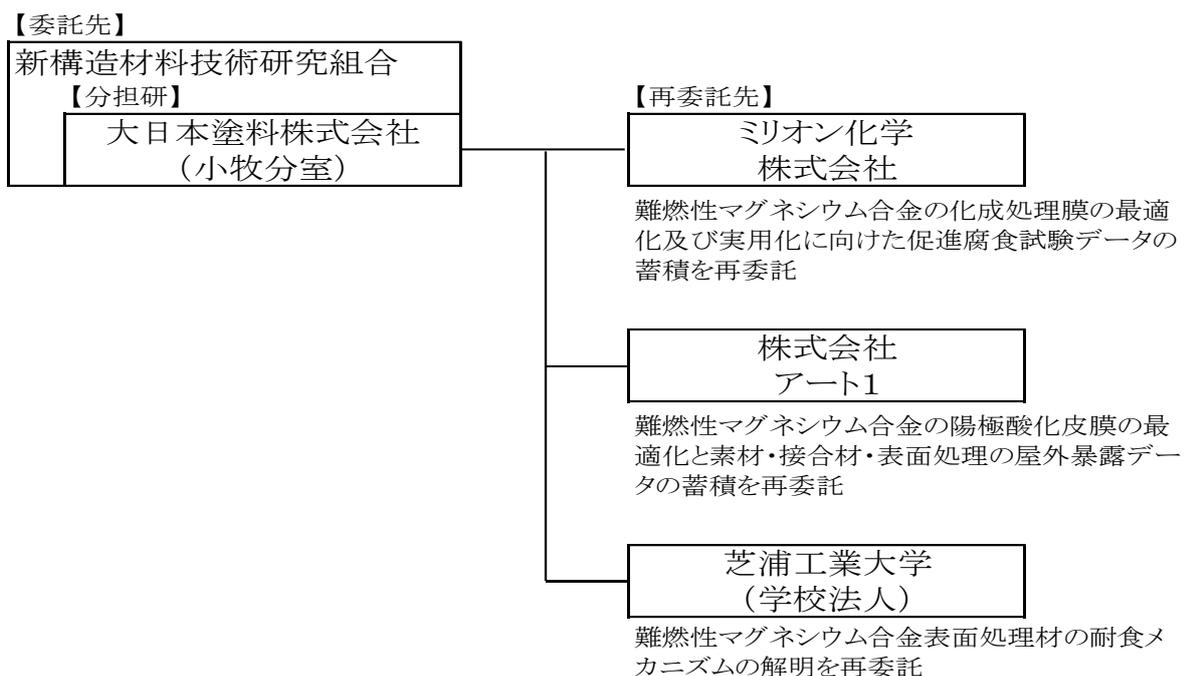


図 3-2.5.5-1 難燃性マグネシウム合金の耐食技術の開発の研究開発実施

(5) 運営管理

運営に当たっては、ISMA組合員のマグネシウム部門に属する分担研・再委託先が毎月参加する『マグネシウム委員会』において定期的に研究報告と共に進捗を報告してきた。特に、車両構体への適用に関しては車両メーカー及びJR等のエンドユーザーのアドバイスをいただきながら、上記会合と同時開催される『マグネシウム合金高速車両構体実用化技術委員会』と連動した形で素材・設計・実用途展開に関する情報共有を通じ、表面処理に関する研究についても詰めてきた。特に、終盤の1/1モデル構体への塗装適用に際し、各委員からの各種素材種情報のみならず、構体各部位への各種塗装仕様の適用や実用化に向けての課題等、有意義なアドバイスも得られている。

(6) 実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

鉄道車両用部材開発に関し、プロジェクト内にて難燃性マグネシウム合金製車両用構体の設計指針と共に、重量削減効果を検証している。この具体的効果は、統合後のテーマ35『革新的マグネシウム材の鉄道車両への適用技術開発』において述べられる予定である。（母材金属の特性と軽量化・運転にあたっての・CO₂削減など）

一方で、本テーマに関して今回の適正化を実施した表面処理(化成処理+塗装)では化成処理工程に於いて、大型の処理層と複雑な工程を必要とした従来式に対し、シャワー方式を採用しその処理工程も簡略化している。最終的に本システムの採用にあたっては、工程短縮を通じ省エネルギーにつながる。また塗装に関しても車両用途は焼付塗装（140～150℃高温乾燥炉）でなく、常温乾燥（室温～60℃）であるため同様に省エネルギーとなる。軽量化などの高機能が望まれるマグネシウム製品の採用に関

しては、従来では小物部品に限られ大型構造物に適用できなかつた側面があつたが、難燃性と共に耐食性（信頼性）の確保により、こうした大型～中型構造物に適用できると予測される。本研究開発では難燃性マグネシウム合金の信頼性（耐食性）を構築する為、テーマ 35 と共に、テーマ 60 にてデータベース構築を統合的に実施する。

2.5.5.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.5.5-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
暴露試験 (2014～2022年 度)	暴露データベース の完成。 〈テーマ 60 にて〉 (2022 年度)	2018 年度より、テーマ 35 移行分も含め、母材・塗 装品に関するデータ取得 (2022 年度)	○	
促進試験の策定と 表面処理の適正化 (2014～2022年 度)	策定した腐食促進 法を用いて、表面 処理膜（下地処 理・塗装膜）の最 適化を達成する (2017年度)。また 接合部位の腐食性 評価も実施する。 (2022年度)	表面処理膜（下地処理・ 塗装膜）の最適化を達成 し、側パネル・モデル抗 体への適用を実施済み (2017 年度) ・接合部位評価はテーマ 35 に移行し解析評価実施 (2022 年度)	○	
耐食メカニズムの 解明と防食効果の 検証（2014～2017 年度）	耐食性と関連性の ある皮膜特性因子 を明らかにする。 (2017 年度)	耐食メカニズムにつき、 暴露済テストピース他よ り機構解明すると共に、 皮膜特性因子や、難燃性 に寄与する、カルシウム が腐食に影響する要因に つき解析した。 (2017 年度)	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

本研究開発への取り組みに際し、下図（図 3-2.5.5-2）の内容にて実施した。

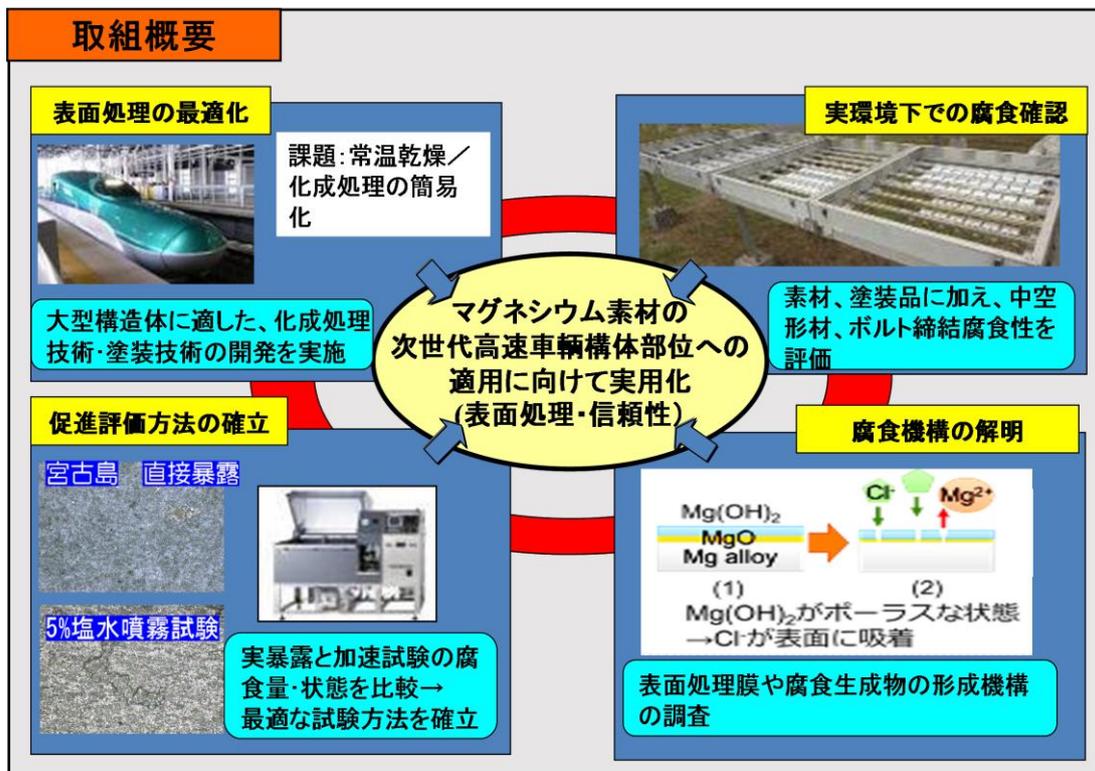


図 3-2.5.5-2 難燃性マグネシウム合金の耐食技術の開発の取り組み概要

(2)-1：実環境下での腐食確認と促進試験方法の確立について サブテーマ)

- ①難燃性マグネシウム合金塗装仕様の最適化及び腐食促進試験法の選定【大日本塗料】
- ②難燃性マグネシウム合金の化成皮膜系塗装下地処理膜の最適化及び母材の腐食特性評価【ミリオン化学】
- ③難燃性マグネシウム合金の陽極酸化皮膜系塗装下地処理膜の性能評価及び表面処理材の暴露試験評価【アート1】

(2)-1.1；屋外大気暴露と各種促進試験との関係について

金属の腐食とは酸化還元反応により表面の金属が電子を失ってイオン化し、金属イオンがその酸化物に置き換わることで変質し錆として析出されることを指す。金属種の持つイオン化傾向で支配されるものである。その耐食性評価に関しては、鉄素材を含め腐食に関する評価方法は JIS 規格で定められる塩水噴霧試験（SST）が代表的試験といえる。そこで促進試験に関しては「塩水噴霧試験（SST）」に加え、「CASS 試験」「塩水浸漬試験（DIP）」、更に乾燥工程を含む「複合サイクル試験(CCT)」他につき「屋外大気暴露」と比較しながらアルミニウム材とにつき比較試験を実施した。

その結果以下の傾向が得られており、電解質（水）に対するマグネシウムのイオン

化傾向の大きさが腐食度合いと相関が認められた。特にマグネシウムはアルミニウムに比べ、卑なる金属（イオン化傾向がより大）であるため、その腐食傾向は更に大きくなる。下記（図 3-2.5.5-3）に電解質（水）に対する各種促進試験の濡れ時間と腐食減量の関係を示す。

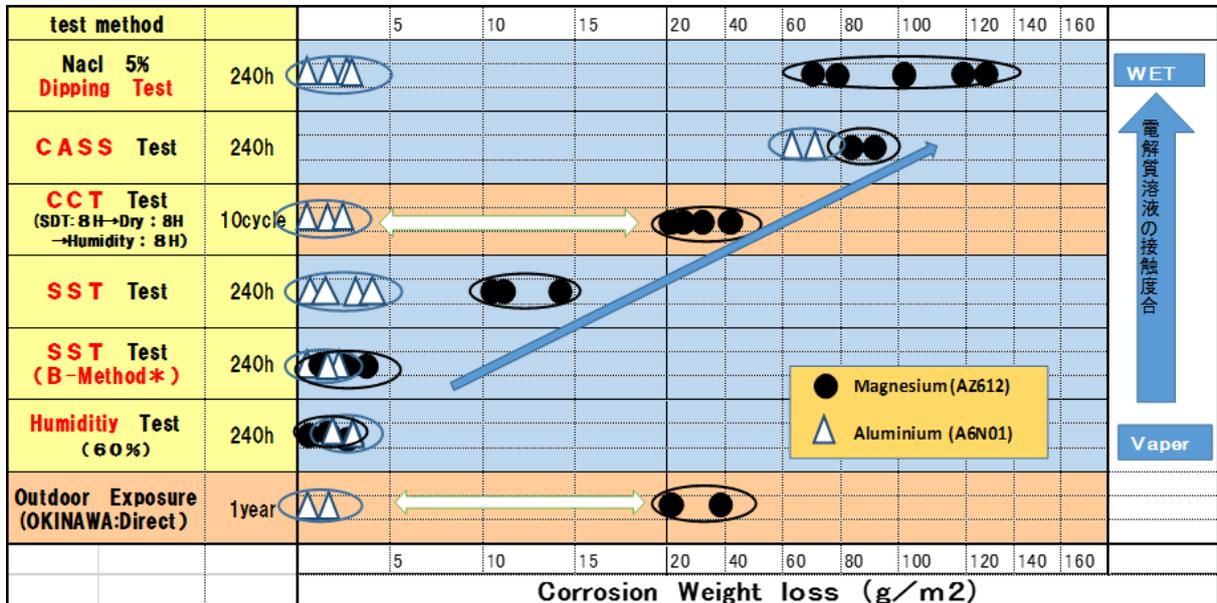


図 3-2.5.5-3 各種促進試験と、屋外暴露での腐食減量評価

すなわち、水に対する濡れ時間が大きいほど腐食減量が大きく、乾くと腐食は成立しにくくなる。よって、屋外大気暴露（沖縄直接暴露 1 年）に関しては、乾燥工程を含む複合サイクル CCT 試験(8 サイクル)が相関するものであった。(AZX612)

一方で屋外大気暴露に関しては、沖縄・銚子の 2 拠点・遮蔽・直接の 2 方式で実施しているが(図 3-2.5.5-4)、濡れ時間に関しては暴露地はもとより暴露方式によって差が生じており、腐食量の差異が認められている。



図 3-2.5.5-4 直接暴露と遮蔽暴露

よって上記促進試験法での評価に関してもこうした実暴露条件との差もあり、厳密には相関を把握するにもかなり差異も生じている。実暴露における腐食状態について

は、下図（図 3-2.5.5-4）に示す様に、腐食減量は直接暴露が大きい傾向にあり。すなわち直接暴露では風雨により、水溶性マグネシウム等に変化した腐食生成物が洗い落とされ、随時新たな面で腐食が進行する為に腐食減量がより大きくなるものと考えられる。一方、遮蔽暴露では結露による影響が大きく、結露部分が局部的に腐食が進むと考えられる。よって電解質(水分)の影響が暴露地・暴露方式で異なるため、上記相関は目安となるものの環境因子によるバラツキも大きいと考える。

なお、新たにテーマ 35 で暴露評価を開始した新規開発合金に対しても 1 年・3 年 5 年と継続し経時の変化を観察してゆく一方で、その結果についてはテーマ 60 でデータベース化を予定する。

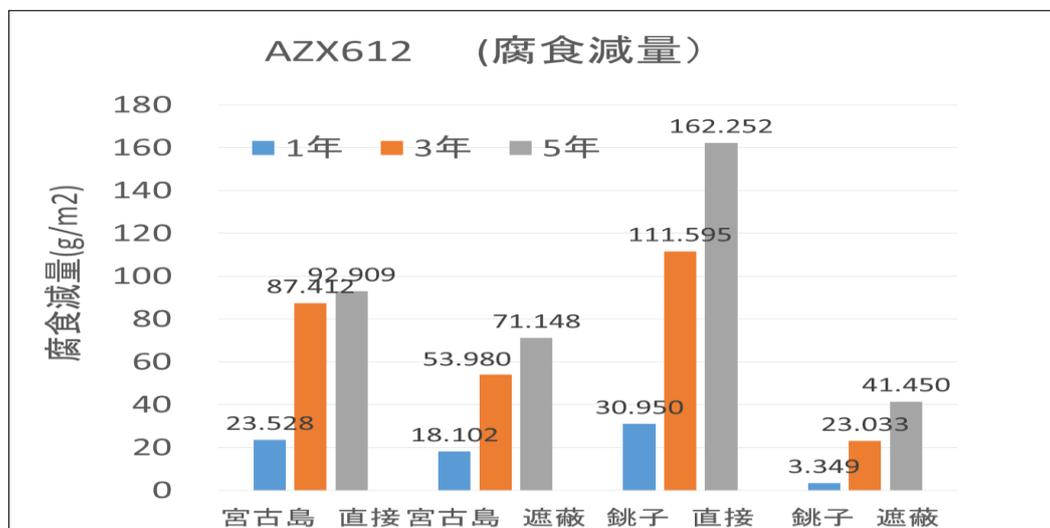


図 3-2.5.5-5 : 既存合金の母材暴露品の腐食減量

一方、部品想定での陽極酸化皮膜系塗装下地処理膜についても、促進試験及び屋外大気暴露試験を実施している。こちらは一般的な化成処理とは異なり、薬液の中に浸漬させ陽極 (+) の電流を流すことで表面に人工的に酸化皮膜を形成させる複雑な処理を施すものであり促進試験（塩水噴霧試験：720 時間・耐湿試験：720 時間）の過酷な試験条件をクリアした。

(2)-1.2 ; 難燃性マグネシウム合金塗装仕様・及び化成処理の最適化について

開発の狙いは大型車両構体への適用の為、新規の表面処理仕様を開発することにある。先ず化成処理はミリオン化学のシャワー式を塗布方法を開発した。大型車両構体には、従来の様な処理層へのディッピング方式は適さない。処理回数も各工程における水洗工程も含めると複雑になり、大型浸漬槽も数多く必要となる。そこで、化成処理を 2 工程へ簡略化し、シャワー式を採用することで車両構体に適する化成処理を開発した。

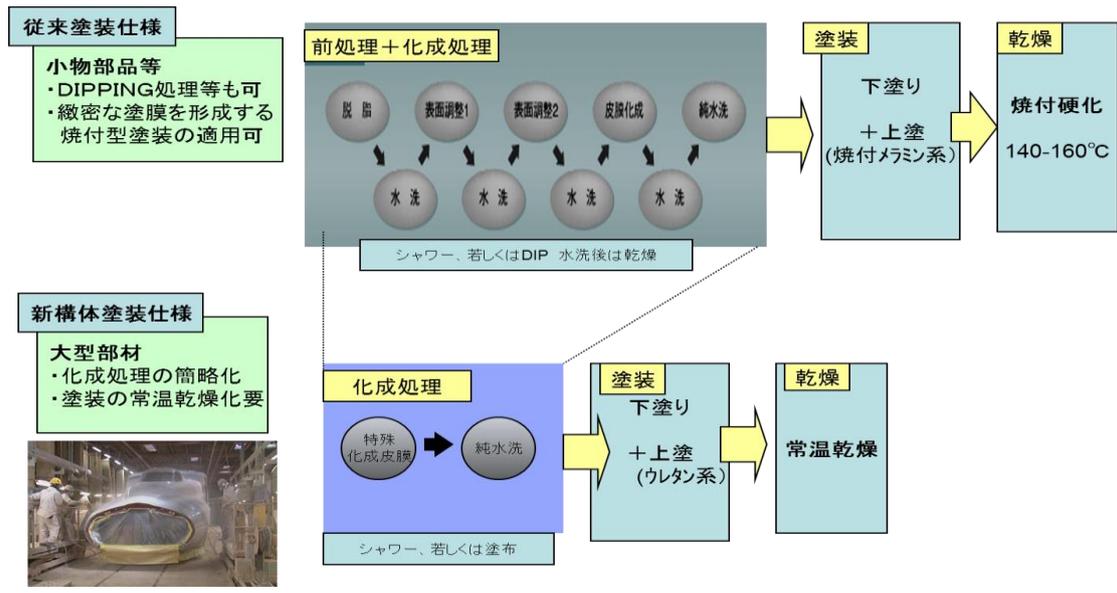


図 3-2.5.5-6 開発した車両用表面処理仕様

こうした化成処理の簡易化により想定される耐食性能低下に対しては、化成処理液についても新たに開発を実施した。本来化成処理膜は『薄く・緻密』である方が良好とされ、簡易式では従来工程に比較し難しいものとされていたが、配合変更により改良効果が認められた。

一方、簡略した化成処理による耐食性能低下はその後の塗装工程にも影響する為、その化成処理に適するプライマー(常温乾燥；下塗り)の開発を併行実施した。特に塗料の耐食設計に関しては、塗料に配合する防錆剤として通常使用するカルシウム系防錆顔料は使用できない。カルシウムはマグネシウムに比べイオン化傾向が高く、犠牲防食機構が望めぬ為である。一般塗装部はもとより塗膜欠損部（Xカット部）からの糸状錆びフクレも考慮し、本化成処理被膜との密着力の強化を主眼に塗料の最適化を実施した。下塗塗料の組成としては、水分遮蔽性の高い2液の下塗を採用し、マグネシウム用にエポキシ樹脂についても官能基量を上げたものとした。且つ上塗塗料には大型車両構体に適した常温乾燥型の2液ウレタン塗料を採用している。

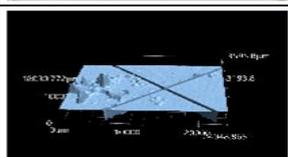
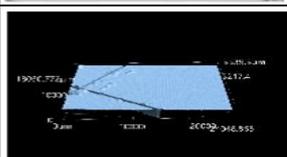
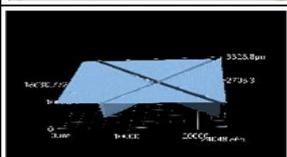
		マグネシウム(AXZ611)		
		NO. 1	NO. 2	NO. 3
屋外曝露 3年懸架				
				
塗装仕様	化成処理	化成処理	化成処理	化成処理
		プライマー：1液エポキシ系 上塗：2液ウレタン	プライマー：2液エポキシ系 上塗：1液メラミン	プライマー：2液エポキシ系(MG用改良品) 上塗：2液ウレタン

図 3-2.5.5-7 MG 車両用塗装設計
3-2.5.5-9

その結果、鉄道車両用途として、耐食性を満足する塗装仕様を確立した。
 なお、本開発表面処理(化成処理+塗装)については、2015年度側構体接合パネル(既存合金 AZ611)、2017年度側構体接合パネル(開発合金 AX41)の塗装に適用し、最終的に2017年度末には、1/1モデル構造体へも適用した。(図 3-2.5.5-8&9)



図 3-2.5.5-8
AZ41 側構体パネル



図 3-2.5.5-9 モデル構体への化成処理と塗装

(2)-2：腐食機構の解明について

マグネシウム材の防食性付与に関し、その腐食機構を調査するも重要である。
 腐食機構の解明については、暴露より得られた腐食生成物につき、XRDにて解析を実施した。(図 3-2.5.5-10)

- 結果
- ・直接暴露：結晶性の $Mg(OH)_2$ と Mg-Al 系 LDH と $Mg(CO_3) \cdot 3H_2O$
 - ・遮蔽暴露：結晶性の Mg-Al 系 LDH と $Mg_2(CO_3)Cl(OH) \cdot 3H_2O$ と $Mg(CO_3) \cdot 3H_2O$ と Mg-Al 系 LDH

これらに加えてアモルファスの MgO も存在することを確認した。

注；LDH：層状複水酸化物 (layered Double Hydroxide)

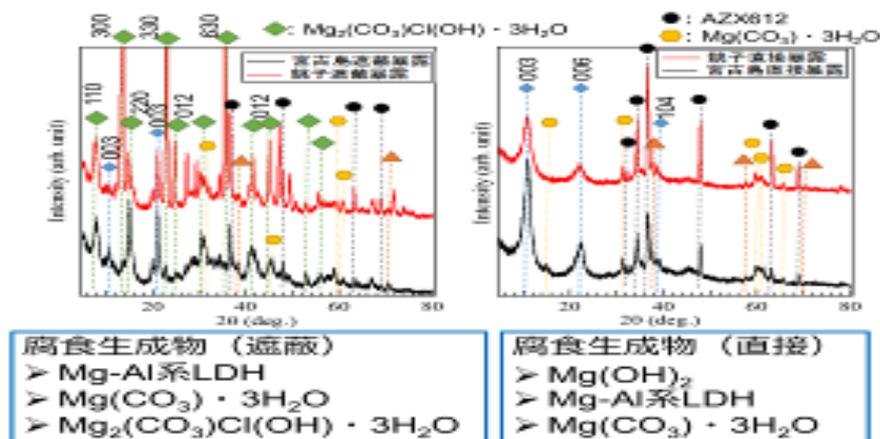


図 3-2.5.5-10 腐食生成物の解析

L D Hは腐食反応の抑制には効果があるが、結晶性といえ壊れやすい物質であり水親和性が高い物質である。したがって大気暴露試験では直接暴露の方が、遮へい暴露に比べこの腐食生成物の雨水による流出が大きい故に、腐食減量も増加することが立証された。これら踏まえ腐食メカニズムについては、下図（図 3-2.5.5-11）の様な機構であると説明した。

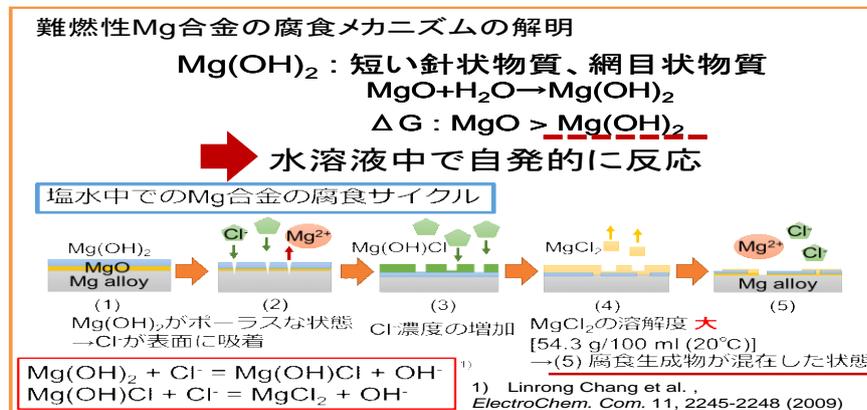


図 3-2.5.5-11 塩水中での腐食メカニズム

加えて、環境由来と思われる各種のアニオン (SO₄²⁻、NO₃⁻、CO₃²⁻) が付着していることも確認した。それらイオンを含有する溶液を擬似的にM液（宮古）／C液（銩子）として作成し、これを試験塩水に添加し噴霧試験で評価を実施した結果、これらイオンの添加によっても、腐食の抑制効果が確認された。

更に 5wt%塩水溶液中にて、難燃性成分として加える Ca 含有量の異なる AZ61 系 (AZ61, AZ611, AZ612) マグネシウム合金につき、Ca 含有量が腐食に及ぼす影響につき調査を実施した。結果、各種合金において存在する晶出物は、AZ61 の場合、AlMnO-Compound、Mg₁₇Al₁₂、であり、AZ611 と AZ612 の場合は Mg₁₇Al₁₂、Al₂Ca であると推察された。各合金の分極曲線より、Ca 添加量の増加と共に腐食電流密度が僅かに大きくなり、腐食電位が卑化している。よって Ca の影響として Al₂Ca は AlMnO 系化合物と比較し、より耐食性に影響を及ぼす因子になると考えられ、Al₂Ca / α-Mg 母相で形成される局部電池のサイト数が増加し、耐食性の低下が誘発されたものと推測される。これを受け更に、マグネシウム材に対する難燃性付与の為の微量添加元素 (Al, Mn, Ca) の影響を追跡したが、表面電位の測定では晶出する Al₂Ca 部が α-MG に対し表面電位差 (-0.1~-0.3V) を生じている。これが要因となって析出化合物はカソードサイトとして働く為に局部電池の駆動力となり腐食を促進する事が判明した。(図 3-2.5.5-12)

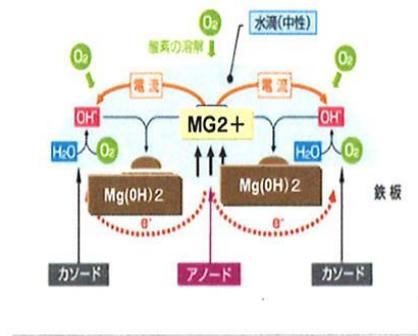
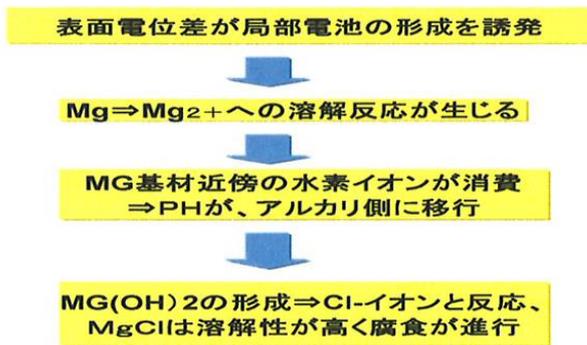


図 3-2.5.5-13 局部電池による腐食機構メカニズム

合わせて 晶出物のサイズの増加に伴い電位差は増加傾向にある為、マグネシウム材の製造過程に於ける結晶構造の大きさでも、腐食レベルが異なる可能性が存在する。これらは、マグネシウムの腐食性能ブレの一因であるとも考える。又局部電池の駆動力のみならず、その反応サイト数（晶出物の分布量・面積比率 = AL₂CCa）やサイズも腐食のレベルを左右する要因でもあることが判明した。

具体的には上図のような局部電池が形成され腐食が進行するものであるが、その駆動力は晶出する微量添加元素による電位差が影響するものである。例えば AZX611 と AZX612 を比較した場合には、AZX612 の方が電位差が大きい。よって AXZ612 が局部電池の駆動力が大きく腐食もしやすい。一方で AZ61 については駆動力が最も大きいものの、反応サイト（晶出物の分布）が少なく腐食量は少ない状況下に有る。晶出物の面積率も腐食に対し影響する事がわかった。（図 3-2.5.5-13）

表 各晶出物とα-Mgとの表面電位差			
	AZ61	AZX611	AZX612
晶出物	MnAl ₂ O ₄ Al-Mn系化合物	Al ₂ Ca	Al ₂ Ca
表面電位差 [V]	-0.28	-0.06	-0.10

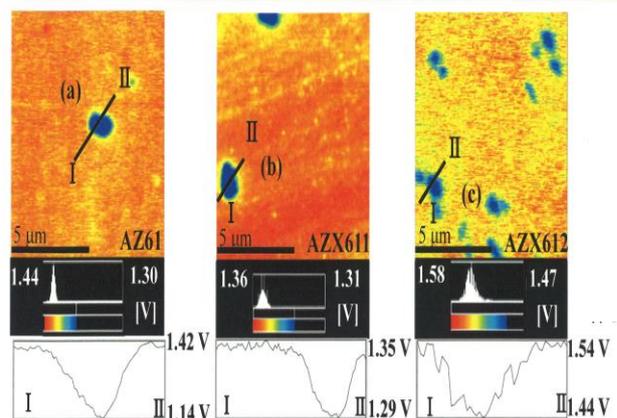


図 3-2.5.5-13 ; 局部電池における表面電位差、並びに晶出物の面積の影響

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.5.5-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末時点】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2014FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
2015FY	0	0	4	0	0	0	0	1	1
2016FY	1	0	6	0	0	0	0	1	1
2017FY	0	0	5	1	0	0	0	0	2
合計	1	0	15	1	0	0	0	2	5

※1：Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

※2：実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.5.5-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末時点】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2014FY	0	0	0
2015FY	0	0	0
2016FY	0	0	0
2017FY	0	0	0
合計	0	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.5.5.3 参考文献

該当なし

2.5.6 [テーマ番号 20] 「難燃性マグネシウム合金の接合技術の開発」(2014 年度～2017 年度)

2.5.6.1 テーマの概要

(1)背景と目的

マグネシウムは、実用金属の中で最も軽量であり、また優れた比強度を有することから、輸送機器のための新たな構造材料として注目されている。しかし、汎用のマグネシウム合金は発火温度が低く、固相線温度よりも高い温度に昇温すると発火する材料として認識されており、特に、不燃・難燃特性の確保が必須である鉄道車両部品や航空機部品としての適用は困難とされてきた。

近年、マグネシウム合金の発火温度を高める合金開発が進められ、その結果、汎用マグネシウム合金 (Mg-Al 系合金等) にカルシウムを添加し、発火温度を飛躍的に高めた「難燃性マグネシウム合金」が開発された。本合金は優れた難燃特性を有し、日本鉄道車両機械技術協会の車両材料燃焼試験において「不燃材」の認定も受けていることから、鉄道車両用部材への適用も、小型鋳造部品に関しては進みつつある¹⁾。難燃性マグネシウム合金を用いて輸送機器のさらなる軽量化を目指すためには、合金特性のさらなる高性能化(強度・延性の改善、生産性の改善)を目指すと同時に、型材や板材を組み合わせて「大型構造体」を作り込むための要素技術を開発していく必要がある。具体的には、大型展伸材(型材・板材)を製造するためのプロセス技術、大型展伸材を組み立てるための接合技術および耐食性を確保する技術が必要である。そこで、本研究開発では、難燃性マグネシウム合金展伸材を鉄道車両用部材(高速車両構体)に適用するための基礎技術を構築することを目的とし、難燃性マグネシウム合金の材料特性(機械的特性、生産性)をさらに改善するための合金設計技術開発、開発した合金の信頼性(難燃性、疲労特性、接合特性、耐食性等)を確保するための特性改善技術、評価技術の構築を目指す。

(2)目標値

表 3-2.5.6.1-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
① TIG 溶接技術 の確立	<ul style="list-style-type: none"> 最適な施工方法の把握と基礎接合技術の確立、継手効率 70%以上。 既存難燃性マグネシウム合金を用いて部材を作製す 	<ul style="list-style-type: none"> 開発合金を用いて継手効率 70%を以上を達成する接合技術の構築。 開発合金を用いて部材を作製するための接合技術の 		

	るための接合技術の構築。	構築。		
② MIG 溶接技術の確立	<ul style="list-style-type: none"> ・最適な施工方法の把握と基礎接合技術の確立、継手効率 70%以上。 ・既存難燃性マグネシウム合金を用いて部材を作製するための接合技術の構築。 	<ul style="list-style-type: none"> ・開発合金を用いて継手効率 70%以上を達成する接合技術の構築。 ・開発合金を用いて部材を作製するための接合技術の構築。 		
③ 摩擦攪拌接合 (FSW) 法の開発	<ul style="list-style-type: none"> ・最適な施工方法の把握と接合技術の確立、継手効率 70%以上。 ・既存難燃性マグネシウム合金を用いて部材を作製するための接合技術の構築。 	<ul style="list-style-type: none"> ・開発合金を用いて継手効率 70%以上を達成する接合技術の構築。 ・開発合金を用いて部材を作製するための接合技術の構築。 		
④ 非破壊評価技術の開発	TIG 溶接の接合品質モニタリング確立、長尺接合への対応。	各種接合法 (MIG, FSW) の接合品質モニタリングの確立と生産への適用における可能性の明確化。		
⑤ アルミ / マグネ合金の異材接合技術 (FS)	平成 28 年度～平成 29 年度に実施。	アルミニウム合金製車両構体での継手効率と同等の 70%以上の継手が得られる可能性を検証する ²⁾ 。		

(3)全体計画

本研究開発を行うに当たっては、開発技術の輸送機器構造部材への適用可能性を絶えず評価・検証することにより研究開発を遂行する。ここでは、開発技術の適用箇所の一例として高速車両（新幹線）構体を設定し、開発されるマグネシウム合金の特性と、高速車両構体に既に利用されている実用金属（アルミ合金等）との比較・検証を実施しながら研究開発を実施する。

本研究テーマでは、溶接継手に高い信頼性を付与するための接合技術（TIG 溶接法、MIG 溶接法、FSW 法）、接合モニタリング技術を開発する。各々の接合法で、アルミニウム合金の接合法を基本として、接合条件範囲の調査を行い接合特性を明確にする。使用する溶加材、溶接機などのプロセスの最適化を行うことにより最適な接合条件範囲の把握を行う。継手強度は継手効率が母材強度の 70%以上が得られることを目標とする。さらに、実用化の可能性を確認するために一般的に困難であると考えられているアルミニウム合金との異材接合についてのフィジビリティスタディを行う。また、接合法の品質保証技術として、AE モニタリング法の開発を同時に行い、AE 計測装置、非破壊手法を用いて接合品質モニタリングを可能にする手法を開発する。

上記手法の開発を遂行するに当たり、2015、2016 年度には鉄道車両側構体の部分パネルを 2017 年度には実物大の簡易モックアップを試作することにより、開発した接合手法などを実証しながら進めていく。これらの試作品を作製する過程にある次のような要素技術の課題の抽出、その解決方法にも取り組んでいく。押出型材の製作精度、接合・加工などの作業性、表面処理性、シーリング性などの多くの実証項目を他の分室と連携して進めていく。2019 年度以降には難燃性マグネシウム合金製構体構造の実用化研究・実用化検討を行う。特に、合金特性を考慮した設計仕様等を含めて検討を進めることにより 2023 年度までには実用化検討を行い、2030 年度までには事業化検討を完了する。

なお、本テーマは 2018 年度よりテーマ 34、テーマ 35、テーマ 60 に移行したため、テーマ 20 としての研究開発は 2017 年度までとなっている。2018 年度以降の成果は上記テーマの事業原簿を参照されたい。

(4)実施体制

本研究開発体制においては、マグネシウムに関連する 8 つの分室が共同で難燃性マグネシウム合金展伸材を鉄道車両用部材（高速車両構体）に適用するための基礎技術を構築することを目指す。

2015 年度までは、新規合金の開発・評価を主眼として、素材の開発を担当する「材料 WG」、難燃性マグネシウム合金の信頼性を改善・評価するための技術を開発する「接合 WG」、「耐食性 WG」、「発火特性 WG」を形成し、各 WG が連携して課題の解決を目指した。2016 年度以降は、2015 年度までに開発した合金を対象として、複雑形状部材の加工・製造技術を開発する「素形材加工技術 WG」、信頼性（疲労特性・破壊特性等）を系統的に明らかにする「信頼性評価・標準化 WG」、表面処理技術の構築や耐食性を系統的に明らかにする「表面処理 WG」、接合技術の構築を目指す「接合 WG」を構築し、研究開発を遂行している。

研究開発を推進するにあたっては、エンドユーザー（鉄道会社・車両メーカー）が低コストかつ安全に構体を製造するための技術や、マグネシウム合金を用いて構造体を設計するため技術等を統合的に構築していく必要がある。そのため、本研究開発では、エンドユーザーをオブザーバーとして招聘し、マグネシウム合金を利用して構造体を作製するための仕様について、アドバイスを受けつつ研究開発を推進している。

テーマ 20 の横浜金沢分室（機総合車両製作所）では、7 つの再委託研究機関とともに

に MIG 溶接法の開発、FSW 法の開発を行う。

横浜金沢分室で社 TIG 溶接法および FSW 法の基礎技術開発から実生産に近い技術開発、側構体部分パネル、実物大のモックアップ作製まで行う。接合継手の品質管理のために AE モニタリング法を利用した非破壊検査技術の開発を行い、アルミニウム合金との異材接合におけるフィジビリティスタディも行う。

なお、本テーマは 2018 年度よりテーマ 34, テーマ 35, テーマ 60 に移行したため、テーマ 20 としての研究開発は 2017 年度までとなっている。2018 年度以降の成果は上記テーマの事業原簿を参照されたい。

(5) 運営管理

テーマ 15~20 に従事する組合員が全員参加できる分科会を定期的で開催した。2013~2015 年度は、材料 WG、接合 WG、表面処理 WG の分科会を 3 ヶ月に 1 回開催した（発火特性 WG は不定期開催）。2016 年度以降は、素形材製造 WG、信頼性 WG、表面処理 WG、接合 WG の分科会を 3~4 ヶ月に 1 回開催し、各分室および再委託先の研究進捗を報告することにより、開発した合金を用いて高速車両構体を製造するための技術を共同で構築した。

2015 年以降は、プロジェクトの推進を加速するための会合（加速 WG）を上記分科会と同日に開催し、難燃性マグネシウム合金を用いて側パネル等のモックアップを作製するための打ち合わせや、信頼性データ（疲労特性、耐食性等）を系統的に取得するための打ち合わせを実施し、プロジェクトの推進を調整する場として機能した。

成果の発信に関しては、軽金属学会春期・秋期講演大会においてテーマセッション「難燃性マグネシウム合金展伸部材創製のための最新技術開発」を定期的（年 2 回）に開催し、プロジェクトの成果を発信している（2017 年 3 月までに計 6 回開催）。さらに、軽金属学会の会誌「軽金属」に特集号「難燃性マグネシウム合金展伸部材創製のための最新技術開発」を組み、プロジェクトの成果を論文および解説として公表した。

なお、本テーマは 2018 年度よりテーマ 34, テーマ 35, テーマ 60 に移行したため、テーマ 20 としての研究開発は 2017 年度までとなっている。2018 年度以降の成果は上記テーマの事業原簿を参照されたい。

(6) 実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030 年度）

アルミニウム合金製車両構体（新幹線を想定）をマグネシウム合金製車両構体に代替した場合の重量削減効果については幾つかの報告があり、ヤング率を基準とした場合、20%程度の車両構体の軽量化を見込むことができるとの報告がある³⁾。また、2015,2016 年度には、パネルの構造は同じであり面外曲げ剛性が等しくなるように作製した側構体部分パネルで、アルミニウム合金製パネルより 9~10%の軽量化ができたことを確認した。さらに、明石分室ではこれまでに、マグネシウム合金製構体の相当曲げ剛性を簡易的に試算しており、窓開口寸法を従来の新幹線よりも小さくすることで、アルミニウム合金製ダブルスキン構体とほぼ同じ相当曲げ剛性が得られることを確認している。アルミニウム合金製構体質量の実績値と比較して、30%の構体重量削減が見込まれることを確認している。

構体の軽量化は、CO₂ 排出量削減に寄与するばかりでなく、車両の高速化にも大きく寄与することが知られている。過去の事例によると、新幹線の車両質量を 20%軽量化すると、営業最高速度が 10~20km/時アップするとの報告がある⁴⁾。ゆえに、経済的観点からは車両構体の軽量化は大きな効果を見込むことができる。

なお、新幹線車両の年間生産台数は 385 両/年 (2013 年)であり、四輪車の年間生産台数(約 1,000 万台 : 2013 年)の 0.004%程度である^{5,6)}。また、動力として電気を利用していることを考慮すると、新幹線の重量減に伴う CO₂ 削減効果は、四輪車のそれと比較すると小さいものであるといえる。

一方、新幹線のアルミニウム合金製車両構体をマグネシウム合金製車両構体に代替できた場合、マグネシウム展伸材の大きな需要増加を見込むことができる。例えば、車両構体に利用されるアルミニウム合金は 1 両当たり約 7t である⁷⁾。上記部品を全てマグネシウムに置き換えた場合、1 両当たり約 6t の需要が生まれることになる (Mg 置換により車両重量が 10%減少する場合)。車両製造が 1 年当たり 400 両と仮定すると (385 両 : 2013 年)⁵⁾、2400t の需要が生まれることになる。なお、国内におけるマグネシウム合金展伸材需要は約 700t/年(2014 年)であり⁷⁾、プロジェクトの成果により、仮に、側構体だけでもマグネシウム合金に置き換えることができれば、それだけで、国内の展伸材需要を倍増させることが可能となる。

2.5.6.2 研究開発成果

(1)最終目標と達成度

表 3-2.5.6.2-1 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成度※	未達の場合 原因と解決方針
① TIG 溶接技術の確立	2018 年度以降テーマ 34,35 で研究を継続実施。	左記テーマの【事業原簿参照】	左欄同様	
② MIG 溶接技術の確立	2018 年度以降テーマ 34,35 で研究を継続実施。	左記テーマの【事業原簿参照】	左欄同様	
③ 摩擦攪拌接合 (FSW) 法の開発	2018 年度以降テーマ 34,35 で研究を継続実施。	左記テーマの【事業原簿参照】	左欄同様	
④ 非破壊評価技術の開発	2018 年度以降テーマ 34,35 で研究を継続実施。	左記テーマの【事業原簿参照】	左欄同様	
⑤ アルミ/マグネ合金の異材接合技術	アルミニウム合金製車両構体での継手効率と同等の 70% 以上	MIG, TIG, FSW などの各種接合法で接合トライを行った結果、継手効率が上が	○	

(FS)	の継手が得られる可能性を検証する ²⁾	らず、その原因が高い入熱による金属間化合物であることがわかった。		
------	--------------------------------	----------------------------------	--	--

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

マグネシウム合金部材の TIG 溶接技術および FSW 接合技術の確立（総合車両製作所）

難燃性マグネシウム合金を用いて輸送機器のさらなる軽量化を目指すために、合金特性のさらなる高性能化（強度・延性の改善、生産性の改善）を目指すと同時に、型材や板材を組み合わせて「大型構造体」を作り込むための要素技術を開発していく必要がある。具体的には、大型展伸材（型材・板材）を製造するためのプロセス技術、大型展伸材を組み立てるための接合技術、及び耐食性を確保する技術が必要である。本研究開発では、難燃性マグネシウム合金の材料特性（機械的特性、生産性）をさらに改善するための合金設計技術開発、構造体を作製するためのプロセス技術開発、その信頼性（難燃性、疲労特性、耐食性）を確保するための評価技術構築及びデータベース構築を統合的に実施した。研究開発を行うに当たっては、開発技術の適用箇所の一例として高速車両（新幹線）構体を設定し、開発されるマグネシウム合金の特性と、高速車両構体に既に利用されている実用金属（アルミ合金等）との比較・検証を実施しながら研究開発を実施した。

本分担研では、溶接継手に高い信頼性を付与するための接合技術（TIG溶接法、MIG溶接法、FSW法）、接合モニタリング技術を開発した。接合技術そのものが確立されていない、開発された4種の新たな難燃性マグネシウム合金AX41、AX92、AX81GおよびAX81SのTIG溶接法およびFSW法について、アルミニウム合金の接合法を基本として、継手の特性に及ぼす施工条件の影響を調査した結果、プロセスのパラメータが継手のマクロ組織や機械的特性に及ぼす影響を確認できた。TIG溶接法とFSW法とで難燃性マグネシウム合金展伸材を接合する基礎技術を確立、さらに、接合特性をモニタリングするための基礎技術を確立した。

① マグネシウム合金部材の MIG 溶接技術の確立（再委託研究機関 1）

2014、2015 年度は、直径 φ50 mm の AZX612 合金ビレットを出発材料として、極細径、高精度そして長尺の AZX612 合金 MIG 溶接用ワイヤを創製した。この過程を通して、加工速度等のパラメータがワイヤ形状に及ぼす影響等を考慮して最適加工プロセスを決めた。また、MIG 溶接継ぎ手の疲労特性等の評価を大学と連携して実施し、MIG 溶接継手の信頼性を最適化するための技術開発も進めた。

次に、マグネシウム合金の熔融滴下が大きい特性を補完する機能を探索するため、レーザ MIG 溶接のプロセス因子がレーザ MIG 溶接性に及ぼす影響を系統的に明らかにした。表裏ビードの外観評価では、MIG 溶接単独では溶接速度 700mm/min が限界であったが、レーザと組み合わせることにより母材を予熱できるので、溶接速度が

2000mm/min で安定した施工を行えることを確認した。

2016 年度は、2015 年度までに得た木ノ本伸線および大阪府立大学の MIG 溶接用ワイヤの最適加工プロセスに関する知見を元に、開発された 4 種類の新難燃性マグネシウム合金 AX41、AX92、AX81G、AX81S それぞれについて、直径 $\phi 26$ mm の合金ビレットを出発材料として、極細径、高精度そして長尺の新難燃性マグネシウム合金 MIG 溶接用ワイヤを創製した。また、創製した 4 種類の新難燃性マグネシウム合金 MIG 溶接用ワイヤを用いて、同一組成の板厚 t3mm の押出板材または圧延板材の突合せ MIG 溶接を行い、それぞれの適正溶接条件範囲を見出すとともに、溶接継ぎ手の静的機械強度や疲労特性等の評価を大学と連携して実施し、MIG 溶接継ぎ手の信頼性を最適化するための技術開発も進めた。また、新難燃性マグネシウム合金を用いた小型モデル構体作製のために MIG 溶接条件を明らかにするとともに、下向、横向、立向、上向の各種溶接姿勢の可能性および溶接施工耐久性を明らかにした。

② マグネシウム合金の MIG 溶接のプロセス因子が継手の特性に及ぼす影響の解明 (再委託研究機関 2)

高速押出マグネシウム合金 AXM030305、AX41、高強度マグネシウム合金 AX92、AX81G、AX81S の MIG 溶接を行った。MIG 溶接のプロセス因子が継手の微細組織と機械的性質に及ぼす影響について検討した結果、昨年度までの AZX612、AZX611 における結果と同様に、優れた溶接継手強度は低入熱量域にて得られることが明らかになった。高速押出合金については、溶加材として Al 含有量の多い合金を用いることにより継手効率は大きくなり、90%を越える非常に大きな継手効率が得られた。すなわち、Al の固溶強化による継手効率の向上が有効であることがわかった。一方、高強度合金においては Al 含有量の増加による継手効率の向上はみられなかった。これは、高強度合金はいずれも固溶限に近い Al が固溶した合金であるためである。そこで、新たな固溶強化元素として Ga を提案し、Ga 添加 AX92 合金を溶加材とした溶接を行った。その結果、いずれの高強度合金においても継手効率は向上し、75%以上の継手効率が得られた。また、Ga 添加 AX92 合金を溶加材とした溶接体は、共材を溶加材とした溶接体と比較して疲労強度も向上することが明らかになった。これらの結果と昨年度までの結果から、Al 含有量が 6%以下の合金に対しては、Al 含有量の多い溶加材を用いることにより、Al の固溶強化による継手効率の向上が有効であること、Al の含有量が 8%以上の合金に対しては、Ga を添加した溶加材を用いることにより、Ga の固溶強化による継手効率の向上が有効であることが明らかになった。

③ マグネシウム合金のブローホール形成に及ぼす接合プロセスおよびプロセス条件の影響の解明 (再委託研究機関 3)

マグネシウムは高い蒸気圧を有するとともに、マグネシウム中への水素の溶解度およびその温度依存性が他の合金と比較して大きいため、溶接中にブローホールが発生しやすい材料である。本研究開発では、2015 年度までに検討した非対称なツールレイアウトを有する両面摩擦攪拌接合において、良好な引張特性を得るための接合条件の

最適化指針を明確にした。種々のツール回転速度にて厚さ 3mm の難燃性マグネシウム合金 (AZX612) 板に対して両面摩擦攪拌接合を施し、得られた継手の引張試験を系統的に行うことで継手強度、伸び及び破断位置の評価を行った。非対称 DFSW は、異なる二種類のツールを接合体の両面に同時に押し当てることにより実施した。上部ツールはプローブ付ツールで、ショルダー径、プローブ径はそれぞれ 15mm、2.8mm であり、プローブはネジ山を有している。下部ツールはショルダー直径が 15mm であるフラットツールで、プローブは有していない。また、上部ツールのみ 3°の前進角を設定した。上下のツール回転速度に適当な差を設けることで、継手の引張特性が向上することが明らかとなった。具体的には、上側ツールの回転速度を 600rpm、下側ツールの回転速度を 500rpm とすることで、高い引張強度と延性を両立する難燃性マグネシウム合金 (AZX612) 継手の作製に成功した。小型試験片を用いて TD 又は WD を引張軸とした場合の攪拌部の引張特性を調査すると、母材(BM) の場合は WD と TD はほぼ同じ引張強さを示しているが、非対称 DFSW では WD で引張強さが大幅に向上し、伸びも従来 FSW 継手より増加した。特に、下側ツールの回転速度を 500rpm の場合には TD と WD の両方で最も良好な延性を示した。

④ 摩擦攪拌接合 (FSW) による難燃性マグネシウム合金の接合条件の最適化 (再委託研究機関 4)

難燃性 Mg 合金で試作した押出型材 (中空型材) への摩擦攪拌接合の適用を試みた。押出板材で得られた摩擦攪拌接合条件で接合評価を試みたが、押出板材での接合条件では健全な接合継手が得られないことが確認された。接合部には入熱不足で観察される溝欠陥が発生した。また、接合ツール回転数を大きくし入熱量を増加させたが、内部欠陥が確認された。そこで、押出板材と押出型材との形状的な違いによる温度分布を検討した。また、接合部 (突合せ部) の密着性 (嵌め合い) が内部欠陥発生に与える影響についても検討した。

押出型材の断面形状は押出板材と比べ断面積が広く熱容量が大きく、中空構造であり接合部が中空に浮いている (バックプレートへ直接接触していない) ため、接合時に発生する摩擦熱の温度分布状態が異なることが予測される。そこで、中空型材の接合時における摩擦熱の温度分布を熱伝導解析により評価した。

押出型材では摩擦攪拌部の温度分布状態が押出板材と比較し温度上昇が小さいことが確認された。これは、入熱不足による溝欠陥が発生したことと一致する。また、押出型材は押出板材と比べバックプレートへの熱移動が少ないため、押出型材全体の温度上昇が押出板材より大きく、接合距離が長くなる長尺押出型材を接合する場合、接合時に発生する摩擦熱による熱歪が増大する可能性が懸念される。

押出板材の嵌め合い精度を、突合せ面に数ミリの隙間を故意的に設定し摩擦攪拌接合することで、接合ツール形状と隙間が欠陥 (表面, 内部) 発生に与える影響を検討した。接合ツールのショルダー径が大きくなると、約 2mm の隙間を設けても欠陥の発生が減少することが確認された。しかし、嵌め合い精度が低下すると、特に内部欠陥の発生が増加する傾向があるため、押出型材の嵌め合い精度を高めることが接合特性の信頼性向上には重要である。

⑤ マグネシウム合金接合部の非破壊評価技術の開発（再委託研究機関 5）

難燃性 Mg 合金の摩擦攪拌接合（FSW）中の微小欠陥の生成と進展をアコースティック・エミッション（AE）法を用いてモニタリングする技術の開発を進めた。従来は AE センサを試料上に固定し、波形をセンサ→アンプ→計測装置と有線で接続していたが、本年度は昨年度に引き続き、接合ツールを固定する治具と一体化して試料上を滑りながら移動できるセンサの開発を進め、従来と同程度の感度を実現することができた。また、本年度は IoT (Internet of Things, モノのインターネット) 技術の急速な進歩を受け、新たにスマートフォン用の小型モバイルバッテリーで駆動する連続波形記録装置を開発し、既存の連続波形解析装置との伝送を無線化した。これらの計測装置の開発により、長尺材の接合モニタリングも実用的に行える技術が確立できたと言える。また、位置標定においても昨年度開発した波の立ち上がりを複数検出し、これらとモードとの対応付けを自動化する方法において、誤りの自動検出と訂正が可能な処理方法を開発した。これにより、FSW 中の AE 事象の位置標定の成功率と標定精度がさらに高められた。

⑥ 難燃性 Mg 合金製部材によるモックアップ部分構体作製技術の開発（総合車両製作所）

これまでの接合技術を含めた要素技術を適用して、鉄道車両構体の側面にある窓穴周りを模擬した側構体：部分パネルを作製した。このパネルは、AX41 および AX92 材料の押出型材、AX81G および AX81S 材料の圧延板材、その塑性加工材、その切削・研削加工材を適用し、最後に表面処理、塗装を行って作製した。これらのパネルはダブルスキン構造では AX41 合金を使用し、シングルスキン構造では AX92 合金、AX81G 合金および AX81S 合金の 3 種類の開発合金を使用した。同時に、アルミニウム合金製で実物同等サイズ、等価剛性で設計・作製を行い、完成したパネルの重量を比較したところ、9～10%の軽量化をすることができた。これら一連の作業を通じて、燃性マグネシウム合金を用いて構体を組み立てる際の問題点を総合的に洗い出した。これまでに接合に関する課題点、特徴等を明確にしてそれらを解決するために、試験片レベルの接合から始まり、部分パネルの製作、新合金を用いて実物大簡易モックアップ構体への作製へと進んだ。

構体組立は、MIG 溶接、TIG 溶接および摩擦攪拌接合（FSW）を適材適所で使用した。車外側の MIG 溶接の余盛りの削除時にマグネシウム合金の粉塵が発生するため、湿式集塵機の吸込み口を直近に固定して作業をしたが、削られた粉塵を十分に集塵することはできなかった。したがって、安全のための集塵工具および設備を検討することは必須の課題である。

2016 年度までは以下のようなステップで開発を順調に進めてきた。

- 1) 試験片レベルでの接合技術開発
- 2) 既存の AZX611 合金による鉄道車両の側構体部分パネルの製作
- 3) 本プロジェクト開発合金による鉄道車両の側構体部分パネルの製作

2017 年度は、さらにステップアップして世界初、世界最大のオールマグネシウム合

金製で、実物大の鉄道車両構体簡易モックアップを製作することができた。製作した簡易モックアップは、材質は、AX41 合金、AX92 合金、AX81G 合金、AX81S 合金、AZX611 合金を適用した。その寸法は、幅 3380mm、高さ 2880mm、長さ 1040mm である。

さらに実用に近づくために、気密疲労試験用モックアップの作製により、実用化に必要な要素技術を計画的に確立していくことをテーマ 34、テーマ 35、テーマ 60 において実施することとした。気密疲労試験は、新幹線構体の評価試験の中では最も構体の耐久性に影響のある試験であるために次のステップとした。

⑦ Mg/Al 異材接合材の組織と機械的特性の関係調査（再委託先研究機関 6）

Mg 合金と Al 合金の異材溶接の可能性を調査するために、熔融溶接である TIG および MIG アーク溶接、ならびにレーザ溶接、さらに固相接合である摩擦攪拌接合 FSW による溶接・接合実験を実施した。まず、熔融溶接では、Mg と Al の共晶反応により大量の金属間化合物が形成されて溶接金属が脆化し、溶接直後に溶接部に割れが発生する現象を明らかにするとともに、この割れ発生防止のための溶接条件範囲（溶接電流あるいはレーザ出力と溶接速度との関係）を確定した。続いて、割れ発生を防止できた溶接条件において、Mg 合金と Al 合金の溶融量を変化させて溶接金属組成を変化させるために、溶接狙い位置、すなわちオフセット量を変化させた実験を行い、得られた溶接継手の継手強度とオフセット量との関係を明らかにした。オフセット量には最適範囲が存在し、いずれの溶接プロセスでも Al 合金側に溶接狙い位置を適量変化させることにより、最も高い継手強度が得られた。しかし、その値は、高々 25-30MPa であり、接合界面にはアーク溶接では 80 μm 厚さ、溶接速度の速いレーザ溶接でも 20 μm 厚さの金属間化合物層が形成されていた。一方、FSW では共晶温度以下の接合により割れの無い継手の形成が可能であり、継手強度は 130MPa 程度の強度が得られたが、接合界面での金属間化合物層厚さは数 μm 程度にまで減少した。これらのデータに基づき、金属間化合物層厚さと継手強度との関係図を作成し、より高い強度を得るためには金属間化合物層厚さをサブ μm にまで低減する必要があることを示した。次に、金属間化合物層の形成そのものを抑制するために、溶加材組成の影響を検討した。状態図より、Al と反応するが Mg とは反応しない Ti と、Al とは化合物を作らず、また Mg となじみの良い Zn をそれぞれ溶加材候補として選定し、Ti 箔と Zn シート材を溶加材として接合部に予めインサートした継手に対して、オフセット量を変えてレーザ溶接を実施した。いずれも最適なオフセット量が存在し、ほぼ予測どおり形成組織が得られた場合には、Ti 箔材では 77MPa、Zn シート材では 135MPa の継手強度が得られ、将来の溶加材開発に向けて重要な指針を明らかにした。

⑧ Mg/Al 異材接合のプロセス因子が継手の特性に及ぼす影響の解明（再委託先研究機関 7）

難燃性マグネシウム合金（AZX611 及び AX41）と 6000 系アルミニウム合金（A6061 及び A6N01）の板厚 6mm 及び 3mm の材料について MIG 溶接並びに CMT 溶接を用いた異材溶接の可能性を検討した。その結果、MIG 溶接では溶接注の高温割れ

を防止する溶接条件は見いだせたが、継手の強度に影響を与える金属間化合物相の厚さを $1\mu\text{m}$ 以下に抑制する溶接条件は、溶接速度を 3m 以上にすることが要求されることが結論された。そのためにはロボットを用いた高速溶接が必要と考えられるので、ロボットメーカーとの協業が必要であろう。また、低入熱溶接法として自動車産業でも使用されている CMT 溶接法を検討したが、細径ワイヤを安定して高速供給できるワイヤ供給装置が望まれる。溶接方法としては、溶射膜厚と溶接条件が継手の品質に及ぼす影響を一層詳細に検討する必要があると考えられる。

上記材料について、同じく摩擦攪拌接合による異材突合せ接合を検討した結果、板厚 6mm の場合には 1 パスでの接合は困難であることが確認された。一方、板厚 3mm の場合には、ツールをオフセットすることなく接合できる条件が確認され、継手の強度も最高値で 168Mpa が得られ、継手効率は 67% が得られた。この時 IMC 層の厚さは $1\mu\text{m}$ 程度に相当する。テーマ 34, 35, 60 において、接合条件と IMC 層の厚さ及び強度の関係をさらに詳細に検討する。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.5.6.2-2 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023 年 2 月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	9	2	0	0	0	0	1
2015FY	0	0	3	0	0	0	0	0	1
2016FY	0	0	22	5	0	0	4	1	1
2017FY	0	0	5	0	0	2	1	0	2
合計	0	0	39	7	0	2	5	1	5

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.5.6.2-3 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願 [※]
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	0	0	0
2016FY	0	0	0
合計	0	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.5.6.3 参考文献

なし

2.5.7 [テーマ番号 3 4] 革新的マグネシウム材の開発および信頼性評価 (2018 年度)

[テーマ番号 3 5] 革新的マグネシウム材の鉄道車両および自動車構造部材への適用技術開発 (2018 年度～2022 年度)

2.5.7.1 テーマの概要

(1)背景と目的

難燃性マグネシウム合金は、汎用マグネシウム合金 (Mg-Al 系合金) にカルシウムを添加し、発火温度を飛躍的に高めた合金であり、高い難燃性が必要とされる鉄道車両において、小型鋳造部材を対象として、その適用が進みつつある¹⁾。NEDO 委託事業「革新的新構造材料等研究開発」では、難燃性マグネシウム合金展伸材を用いて大型構造物である鉄道車両構体を製造するための研究開発を推進し、これまでに、易加工性難燃性マグネシウム合金押出材 (AX41 合金)、高強度難燃性マグネシウム合金押出材及び圧延材 (AX92 合金及び AX81 合金) を開発することに成功した^{2,3)}。

さらに、難燃性マグネシウム合金を用いて高速車両構体を実際に製造することを目指すためには、開発した合金を用いて、さらに大型のモデル構体を作製するための材料製造プロセス技術、接合技術、表面処理技術を構築していく必要がある。また、難燃性マグネシウム合金展伸材を用いて高速車両構体を製作するための設計技術や、設計に際して必要となる信頼性 (疲労性能、耐食性、衝撃変形特性等) データベースを並行して構築していく必要がある。

そこで、本研究開発では、これまでに開発した難燃性マグネシウム合金展伸材を利用して鉄道車両構体を作製するための材料製造技術、設計技術、表面処理技術の開発を統合的に実施する。また、開発した合金の信頼性 (難燃性、疲労特性、耐食性等) を確保するためのデータベースを構築する。さらに、これまでに開発した技術を統合して、高速車両構体を模した気密疲労モックアップを製造・評価し、基礎技術の体系化を目指す。

他方で、マグネシウム産業の裾野を拓げるためには、マグネシウム合金展伸材を他の輸送機器分野 (特に自動車分野) に適用するための展開を推進することが不可欠である。マグネシウム合金の自動車部材への適用範囲は、国内ではステアリングホイールやオイルパン等の小型・中型鋳造部材に留まっているのが現状であり、鉄道車両構体のケースと似た状況にある。ゆえに、マグネシウム合金展伸材を用いて自動車構造部材を製造するためには、自動車部材製造に適した、展伸材の製造技術、(プレス) 成形技術、接合技術、表面処理、部材の設計技術を統合的に開発していく必要がある。

そこで、本研究開発では、2019 年度以降、鉄道車両構体を作製するための研究開発に加え、マグネシウム合金展伸材を自動車構造部材に適用するための技術開発も並行して実施する。具体的には、実際のアルミニウム合金製自動車部材をマグネシウム合金展伸材に置換する技術を構築することを通じて、マグネシウム合金展伸材を用いて部材を設計・製造するための技術を統合的に構築することを目指す。

本テーマは 2014 年度から 2017 年度は、テーマ 15～20 において鉄道車両用の合金開発と適用技術を個別に開発してきた。2018 年度には、主に合金開発を実施してき

たテーマ 15～18 を統合してテーマ 34 とし、主に適用技術開発を実施してきたテーマ 19,20 を統合してテーマ 35 として研究開発を遂行した。また、2019 年度には、自動車部材開発を新たなテーマとして組み入れるとともに、テーマ 34 とテーマ 35 に統合した上で研究開発を遂行した。なお、高速車両構体等の構造体を設計する際に必要となる部材の信頼性データを取得する研究開発項目に関しては、2018 年度より新たに設定されたテーマ 60「マグネシウム材の性能・寿命に関するマテリアルズ・インテグレーション（MI）活用技術の開発」と連携して研究開発を推進した。

(2)目標値

表 3-2.5.7-1 テーマ 34 研開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第 1 中間目標 (2015 年度末)	第 2 中間目標 (2017 年度末)	第 3 中間目標 (2020 年度末)	最終目標 (2022 年度末)
⑤マグネシウム合金 の応力腐食特性・耐 環境特性評価【相模 原分室、再委託先： 茨城大学】 (2018 年度)			新規開発 Mg 合金 (AX81) の母材 及び接合材 (MIG、FSW) 継 手部の耐環境脆化 特性を明らかにす る。また耐環境脆 化特性に及ぼす合 金組成や金属組織 の影響を明らかに する。 (2018 年度末)	

以下のサブテーマについては、テーマ 35 内に統合して記載。

- ① 新難燃性マグネシウム合金の各種信頼性（疲労特性、腐食特性）の解明【名古屋守山分室：産業技術総合研究所】 → テーマ 35 ③-1。
- ② 難燃性マグネシウム合金の高機能化技術に関する技術動向調査【名古屋守山分室、再委託先：日本マグネシウム協会】 → テーマ 35 ③-2。
- ③ 易加工性マグネシウム材（押出材）の開発【射水分室：三協立山】 → テーマ 35 ③-4
- ④ 高強度マグネシウム材（中板・厚板）の開発【相模原分室：権田金属工業】 → テーマ 35 ③-5
- ⑥ 高成形性マグネシウム材（薄板）の開発【伊丹分室：住友電気工業】 → テーマ 35 ③-6
- ⑦ Mg 合金の組織制御、成形加工中の変形メカニズム解明【伊丹分室、再委託：長岡技術科学大学】 → テーマ 35 ③-7

- ⑧ 高強度難燃性マグネシウム合金の押出し成形技術開発【長洲分室：不二ライトメタル】 → テーマ 35 ③-8
- ⑨ 高強度難燃性マグネシウム合金ビレット製造技術開発【長洲分室、再委託：戸畑製作所】 → テーマ 35 ③-9

表 3-2.5.7-2 テーマ 35 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
①-1. Mg合金部材の各種接合技術の確立及び鉄道車両構体製作指針の確立(横浜金沢分室：(株)総合車両製作所) (2014～2021年度)	テーマ 20 にて実施	テーマ 20 にて実施	新難燃性マグネシウム合金材の各種接合技術の確立及び鉄道車両構体の製作指針を確立する。	新難燃性マグネシウム合金製の実物長の高速車両構体を作製するための接合・組立技術を構築する。 (2021年度末)
①-2. Mg合金部材のMIG溶接技術の確立(木ノ本伸線(株)) (2014～2020年度)	テーマ 20 にて実施	テーマ 20 にて実施	新難燃性マグネシウム合金製の長尺部材による連続MIG溶接を達成する。	
①-3. FSWによる各種難燃性Mg合金の接合継手特性評価(茨城県産業技術イノベーションセンター) (2014～2021年度)	テーマ 20 にて実施	テーマ 20 にて実施	摩擦攪拌接合による各種難燃性Mg合金の継手効率80%以上を目指す。また、長尺部材を健全に接合できる摩擦攪拌接合ツールを開発する。	摩擦攪拌接合技術を用いて、高品質な難燃性Mg合金接合継手(継手効率80%以上)を実現し、各種構造体の製造・生産技術へ展開する。 (2021年度末)
①-4 難燃性Mg合金大型展伸材の接合品質の非破壊評価技術の高度化(つくば千現分室：物質・材料研究機構) (2014～2020年度)	テーマ 20 にて実施	テーマ 20 にて実施	接合欠陥の2次元位置標定を行う。また、無線AE計測システムとMIシステムを接続し、計測データを活用できる基盤を整備する。	

<p>①-5 難燃性 Mg 合金部材の構造物としての特性評価及び設計指針の構築（明石分室：川崎重工業（株）） （2016～2021 年度）</p>	/	<p>テーマ 15 にて実施</p>	<p>新難燃性マグネシウム合金製構体の構造要素の強度、製作性及び耐食性を実証する。</p>	<p>新難燃性マグネシウム合金製構体の基礎的設計技術の確立と事業化につなげるための新難燃性マグネシウム合金製客室床の実車搭載。 （2021 年度末）</p>
<p>①-6 難燃性 Mg 合金の二軸応力下における疲労強度特性評価（立命館大学） （2019～2020 年度）</p>	/	/	<p>二軸疲労試験手法の構築ならびに多軸度および材料異方性を把握するための試験データを取得する。また、二軸応力下の疲労強度特性評価手法を提示する。</p>	/
<p>①-7 難燃性 Mg 合金の腐食データベースの作成、及び難燃性 Mg 合金製車両構体の表面処理仕様の確立（小牧分室：大日本塗料（株）） （2014～2020 年度）</p>	<p>テーマ 19 にて実施</p>	<p>テーマ 19 にて実施</p>	<p>これまでに開発した表面処理法を車両に適用するための、部位別の塗装仕様を構築する。また、大気暴露試験や促進試験で得られたデータを DB 化する。</p>	/
<p>①-8 難燃性 Mg 合金製車両構体に必要な化成処理施工技術の開発、及び難燃性 Mg 合金の腐食データベースの作成（ミリオン化学（株）） （2014～2018 年度）</p>	<p>テーマ 19 にて実施</p>	<p>テーマ 19 にて実施</p>	<p>プロジェクトで開発した化成処理技術の確立を目指す。また、大気暴露試験や促進試験で得られたデータを DB 化する。 （2018 年度末）</p>	/
<p>①-9 難燃性 Mg 合金及び合金上に作製した皮膜の耐食性評価と耐食メカニズムの</p>	<p>テーマ 19 にて実施</p>	<p>テーマ 19 にて実施</p>	<p>耐食メカニズムの解明を継続して進めると共に、表面処理による耐食性</p>	/

<p>解明（芝浦工業大学） （2014～2019 年度）</p>			<p>への効果、及び微量添加元素や組織形状が及ぼす腐食挙動の影響について調査解明する。 （2019 年度末）</p>	
<p>②-1 Mg 合金による自動車部品試作、性能評価（湘南分室：（株）トヨタ C & D） （2019～2022 年度）</p>			<p>実車に搭載されている自動車フロントフードを調査し、部品としての目標特性を明確化する。部分試作、実車部品製作を行い、設計、成型条件の構築を行う。</p>	<p>自動車フロントフードを製作し、部品としての性能評価を行い、自動車部品として実用化に向けた設計、技術の構築を目指す。</p>
<p>②-2 Mg 合金-Al 合金の同時化成処理技術の開発（平塚分室：日本パーカライジング(株)） （2019～2022 年度）</p>			<p>マグネシウム合金板材の表面処理性を評価し、自動車フロントフードに最適な合金組成チューニングに連携する。また、異種材料同時処理可能な化成処理時技術の基本設計を行う。</p>	<p>自動車フロントフード製作用の化成処理技術を提供し、フロントフードとしての性能評価結果を取得することを目指す。</p>
<p>②-3 Mg 合金-Al 合金の同時化成処理条件の最適化（ミリオン化学(株)） （2019～2021 年度）</p>			<p>提供されるマグネシウム合金板材の表面処理性を従来技術および②-2 で開発した技術を用いて最適化し、表面処理性を評価、明確化する。</p>	<p>自動車フロントフード製作用の化成処理薬剤や工法の最適化を行うことで、Mg-Al 同時化成処理技術の確立を目指す。 （2021 年度末）</p>
<p>③-1 Mg 合金の各種信頼性（疲労特性、腐食特性、成形性等）データベースの</p>	<p>テーマ 15 にて実施</p>	<p>テーマ 15 にて実施</p>	<p>開発した難燃性マグネシウム合金の疲労特性、電気化学特性を評価す</p>	<p>鉄道車両構体用に開発した合金および自動車用途に開発した合金の疲労</p>

<p>構築（名古屋守山分室：産総研） (2014～2022 年度)</p>			<p>る。また、自動車用マグネシウム合金の各種特性（成形性、耐食性）を系統的に評価する。</p>	<p>特性、耐食性、成形性等に関するデータを集約し、DBとして体系化する。</p>
<p>③-2 Mg 合金の輸送器機への適用に関する技術動向調査（日本マグネシウム協会） (2014～2022 年度)</p>	<p>テーマ 15 にて実施</p>	<p>テーマ 15 にて実施</p>	<p>国内外で実施されるセミナー、学会等による情報収集により、開発される鉄道用、自動車用マグネシウム合金の汎用化、加工技術及び評価方法の標準化へ向けた課題と問題点を明らかにする。</p>	<p>国内外で実施されるセミナー、学会等による情報収集により、開発されるマグネシウム合金、加工技術及び評価方法の標準化を図るためのデータ、情報を整備する。</p>
<p>③-3 Mg 合金の接合プロセスの開発と接合部の強度信頼性評価（長岡技術科学大学） (2019～2021 年度)</p>	/	/	<p>自動車部品を想定した接合部の応力状態に基づき、異なる接合プロセスにより得られた各種接合体の強度新信頼性を評価・比較する。強度支配因子と接合部の応力状態から接合部の設計法を提案する。</p>	<p>各種接合法により得られたマグネシウム合金接合体の強度支配因子を明らかにし、強度信頼性の高い接合体を得られる接合法を示す。 (2021 年度末)</p>
<p>③-4 易加工性 Mg 押出部材の開発（射水分室：三協立山(株)） (2014～2021 年度)</p>	<p>テーマ 16 にて実施</p>	<p>テーマ 16 にて実施</p>	<p>新規難燃性高速押出合金による大型・長尺ダブルスキニング材の製造プロセス技術を確立する。また、自動車ドアビーム部材への適用を実現する、易加工性高強度押出材の製造</p>	<p>次世代高速車両構体および自動車構造部材への適用を実現する、新規難燃性高速押出合金による大型・長尺押出材の製造プロセス技術を工業レベルで確立する。</p>

			プロセス技術を確認する。	(2021 年度末)
③-5 高強度 Mg 材 (中板・厚板) の開発 (相模原分室: 権田金属工業(株)) (2014~2020 年度)	テーマ 16 にて実施	テーマ 16 にて実施	鉄道用材料では、開発合金のスケールアップ技術を開発し、実用化を達成するための課題を明確化する。自動車用材料では、合金組成と圧延プロセスの最適化により、フロントフードに要求される諸特性を持つ材料を開発する。	
③-6 高成形性 Mg 材 (薄板) の適用技術開発 (伊丹分室: 住友電気工業(株)) (2014~2020 年度)	テーマ 17 にて実施	テーマ 17 にて実施	自動車フロントフードに要求される諸特性を持つマグネシウム合金板材を開発する。また、作製し成形性、表面処理性の基礎特性を各々のプロセス開発担当機関と連携して評価する。	
③-7 Mg 合金の組織制御、成形加工中の変形メカニズム解明 (長岡技術科学大学) (2014~2021 年度)	テーマ 17 にて実施	テーマ 17 にて実施	高強度高成形性マグネシウム合金の強度・延性、成形性、および表面処理性に及ぼす晶出物、析出物、結晶粒径などの組織因子の影響を明らかにする。	自動車フロントフード用マグネシウム合金板材として必要な諸特性を具現化するための最適プロセスを提案する。 (2021 年度末)
③-8 高強度難燃性 Mg 合金の押し出し成形技術開発 (長洲分室: 不二ライトメタ)	テーマ 18 にて実施	テーマ 18 にて実施	開発合金 AX92 を用いた気密疲労試験構体の部材を製作する。また、	開発した高強度押出合金 AX92 及びチューニング合金を高速車両構体、

ル(株) (2014～2021 年度)			AX92 を自動車構造部材向けにチューニングした合金を用いてドアビーム形材を試作する。	自動車向け構造部材として量産化するための製造プロセス条件を導出する。 (2021 年度末)
③-9 高強度難燃性 Mg 合金ビレット製造技術開発 (戸畑製作所(株)) (2014～2020 年度)	テーマ 18 にて実施	テーマ 18 にて実施	テーマ③-8 の押出形材を作成するために必要なビレットの製造技術を確立する。	
③-10 低温高成形性 Mg 合金展伸材の適用技術開発 (板橋分室：日本金属(株)) (2019～2022 年度)			プレス温度の低温化と強度特性を両立するマグネシウム合金展伸材の製造技術を確立する。自動車フロントフードの製造に必要な材料仕様を検証し、部材化に必要な特性を満たす板材の提供を目指す。	自動車フード部材を製作するのに最適な低温成形性、耐食性、強度特性を兼備したマグネシウム合金展伸材を提供する。
③-11 Mg 合金の加工時の組織評価 (つくば千現分室：物質・材料研究機構) (2019～2021 年度)			自動車フロントフードに要求される諸特性を持つマグネシウム合金として時効硬化を利用した合金の組織評価を行い上記部材に適した合金組成チューニングの指針を提供する。	成形加工や塗装を模した加熱処理時の詳細な組織変化を評価することで成形および強度変化のメカニズムを解明することを目指す。 (2021 年度末)

(3)全体計画

鉄道車両部材開発（サブテーマ①、サブテーマ③）に関しては、テーマ 15~20、及びテーマ 34 で得られた知見を結集し、2019 年度までに 1/1（長さ 5m）の気密疲労試験構体を作製し、2020 年度にその試験構体を用いて気密疲労試験を実施することを軸として計画を立案した。また、テーマ 60 と連携して、高速車両構体等の構造体を設計する際に必要となる部材の信頼性データをデータベース化することを軸として計画を立案した。加えて、2021 年度に高速車両構体試験車の床材を試作し、試験車への搭載・評価を立案した。

自動車部材開発（サブテーマ②、サブテーマ③）に関しては、2020 年度までに自動車部材用マグネシウム合金を開発するとともに、自動車部材製造にまつわる周辺技術（二次加工技術）や設計技術を確立し、2021 年度までに自動車部材（フロントフード及びドアビーム）を試作することを軸として計画を立案した。また、2022 年度までに、開発したマグネシウム合金の室温成形限界を明らかにするとともに、開発したマグネシウム-アルミニウム同時化成処理技術の対象として鉄を加えることの可能性を明らかにすることを計画した。

以下、鉄道車両構体および自動車部材の開発のための全体計画を記した図を **図 3-2.5.7-1**、**図 3-2.5.7-2** に記す。

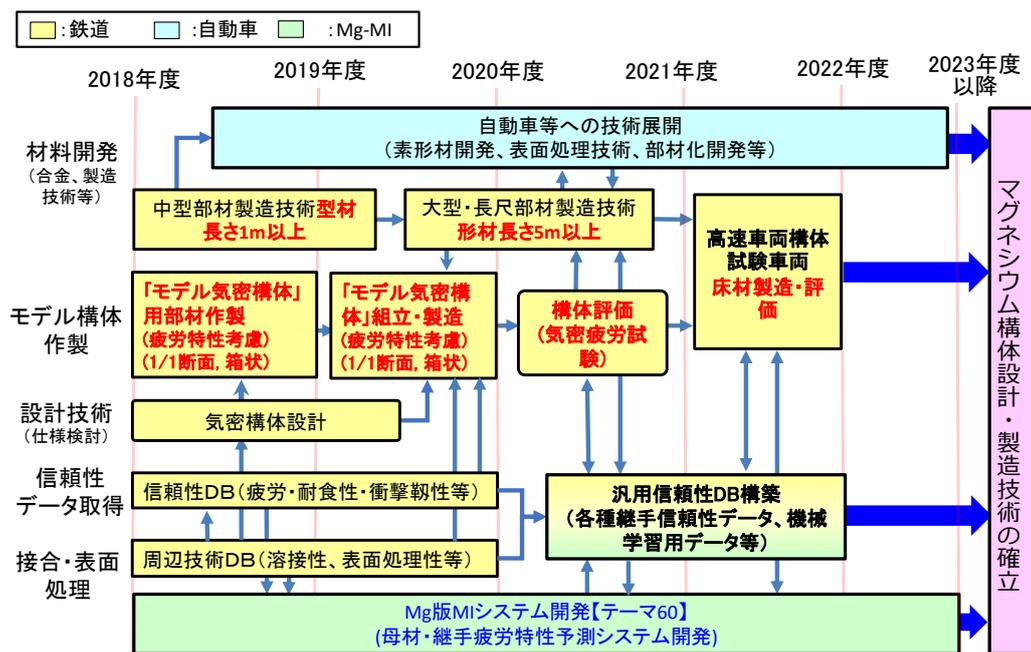


図 3-2.5.7-1 サブテーマ①、③の研究開発スケジュール

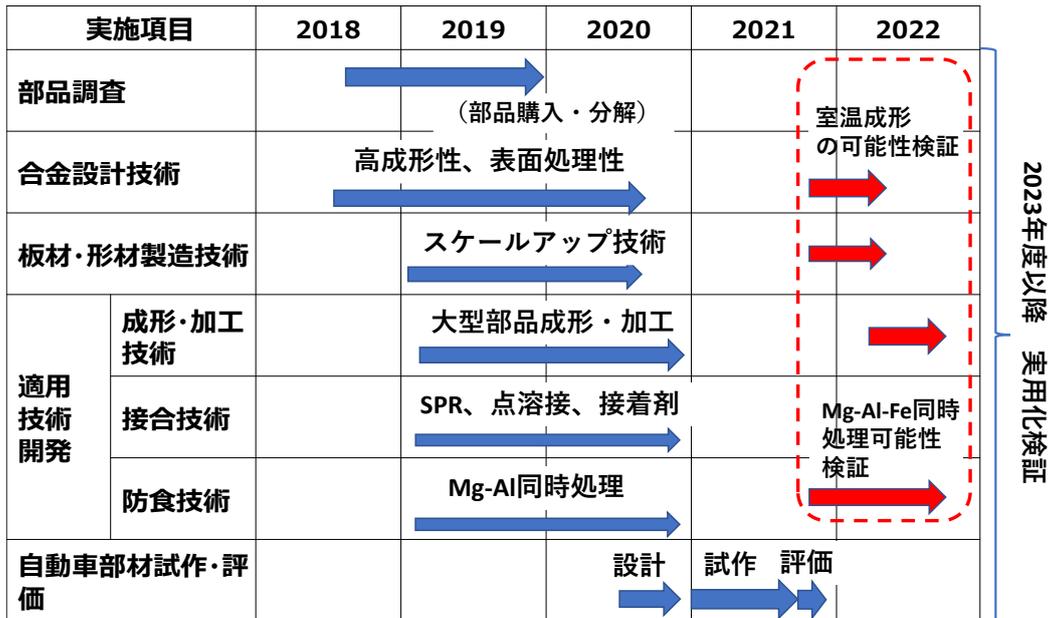


図 3-2.5.7-2 サブテーマ②、③の研究開発スケジュール

(4)実施体制

鉄道車両用部材開発（サブテーマ①、サブテーマ③）に関しては、2017 年度までは鉄道車両用の合金開発および適用技術開発を軸として、テーマ 15~20 において個別研究開発を実施した。2018 年度にはテーマを再編し、材料開発(テーマ 15~18)に関してはテーマ 34 に、適用技術開発(テーマ 15, 19, 20)についてはテーマ 35 に統合して研究開発を推進した。さらに、2019 年度からは、テーマ 34 とテーマ 35 を統合し、一つのテーマとして研究開発を推進した。なお、高速車両構体等の構造体を設計する際に必要となる部材の信頼性データを取得する件に関しては、2018 年度より新たに設定されたテーマ 60「マグネシウム材の性能・寿命に関するマテリアルズ・インテグレーション（MI）活用技術の開発」と連携して研究開発を推進した。

自動車用部材開発（サブテーマ②、サブテーマ③）に関しては、2019 年度よりテーマ 35 において研究開発を開始し、2020 年度までに自動車部材用マグネシウム合金を開発するとともに、自動車部材製造にまつわる周辺技術（二次加工技術）や設計技術を確立し、2021 年度までに自動車部材（フロントフード及びドアビーム）を試作した。2022 年度は、開発したマグネシウム板材の室温成形限界の確認、Mg-Al-Fe の同時化成処理の可能性検討を行った。

以下、テーマ 34 およびテーマ 35 の 2018 年度および 2019 年度の開発体制を図 3-2.5.7-3 に、2019 年度のテーマ 35 内部の鉄道車両構体および自動車部材の開発のための実施体制を表 3-2.5.7-3 および表 3-2.5.7-4 にそれぞれ記す。

【2018年度 開発体制】

No.	テーマ名	分担研 (再委託)
34	革新的マグネシウム材の開発および信頼性評価	産総研、三協立山、権田金属、住友電工、不二ライトメタル (Mg協会、茨城大、長岡技科大、戸畑製作所)
35	革新的マグネシウム材製鉄道車両構体の応用開発	総合車両製作所、川崎重工、大日本塗料、NIMS (木ノ本伸線、茨城産業技術イノベセ、ミリオンの化学、芝浦工大)

技術アドバイザー: 車両メーカー、JR各社

【2019年度 開発体制】(赤字: 鉄道テーマ)

No.	テーマ名	分担研 (再委託)
35	① 革新的Mg材の鉄道車両構体への適業技術開発	総合車両製作所、川崎重工、大日本塗料、NIMS (木ノ本伸線、茨城産業技術イノベセ、ミリオンの化学、芝浦工大)
	② 革新的マグネシウム材の自動車構造部材への適用技術開発	トヨタC&D、日本パーカライズンゲ (ミリオンの化学)
	③ 輸送機器の軽量化に資する革新的マグネシウム部材の開発	産総研、三協立山、権田金属、住友電工、不二ライトメタル、日本金属、NIMS (Mg協会、長岡技科大、戸畑製作所)

図 3-2.5.7-3 テーマ 34 およびテーマ 35 の 2018 年度及び 2019 年度の実施体制

表 3-2.5.7-3 テーマ 34 の実施体制

【委託先】

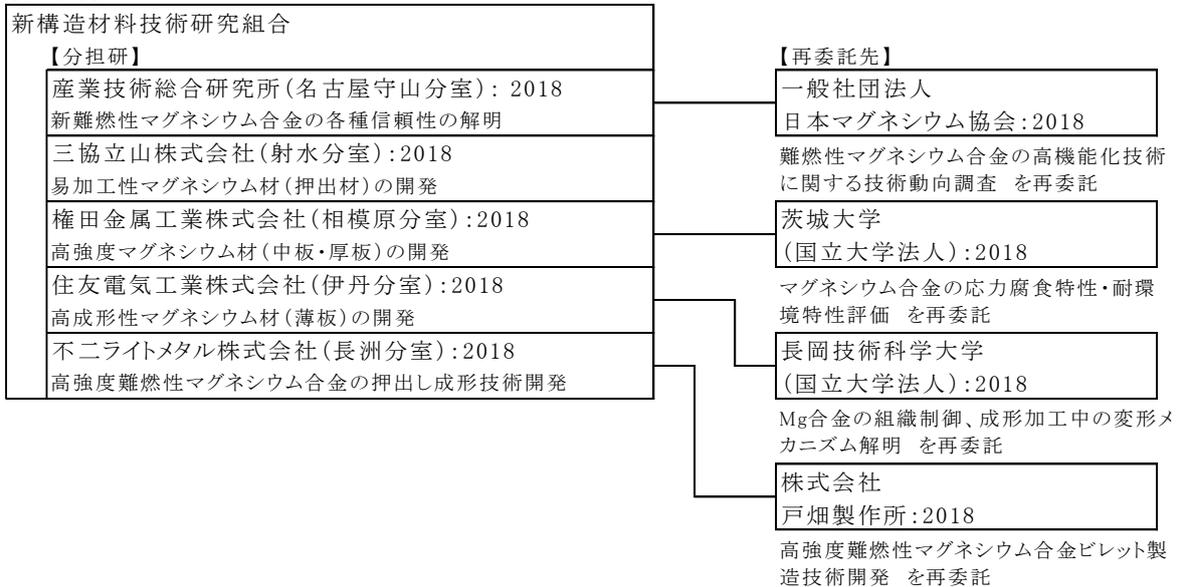
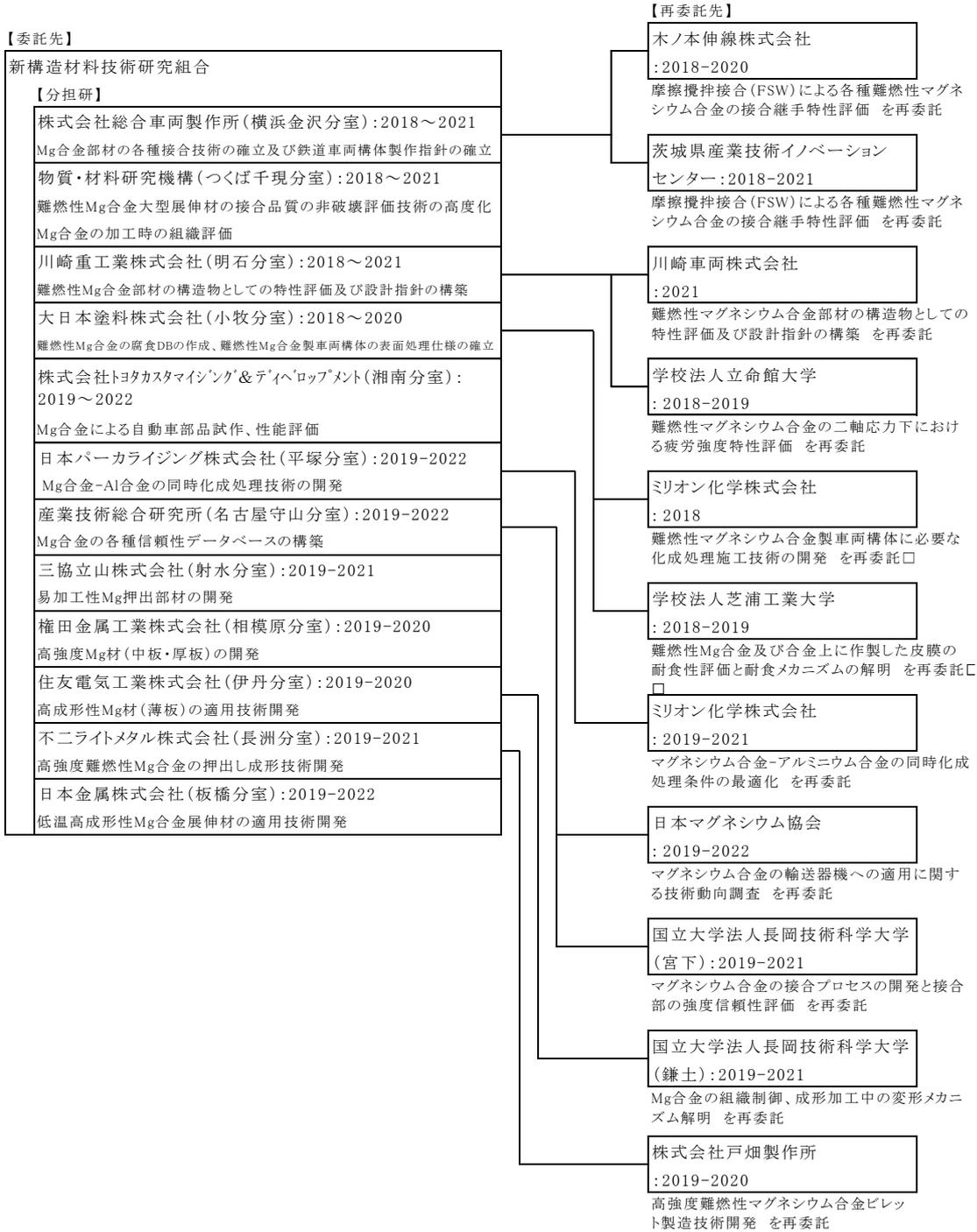


表 3-2.5.7-4 テーマ 35 の実施体制



(5) 運営管理

鉄道車両用部材開発（サブテーマ①、サブテーマ③）に関しては、日本マグネシウム協会内のマグネシウム合金高速車両構体実用化技術委員会と連動した形で、テーマ 35 に従事する組合員が参加する分科会を定期的で開催した。2018 年度以降は、テーマ 60「マグネシウム材の性能・寿命に関するマテリアルズ・インテグレーション（MI）活用技術の開発」と連携する形で、分科会を約 3～4 ヶ月毎に開催し、各分室および再委託先の研究進捗を報告し、車両エンドユーザや車両メーカーのアドバイスを頂くことを通じて、各種鉄道車両構体の試作・評価に関する研究開発の状況報告および摺り合わせを行った。また、信頼性データ（疲労特性、耐食性等）を系統的に取得するための打ち合わせを行った。

自動車等部材開発（サブテーマ②、サブテーマ③）に関しては、日本マグネシウム協会内部に設置された自動車 Mg 展伸材適用検討委員会と連動した形で、テーマ 35 に従事する組合員が参加する分科会を定期的で開催した。そこでは、2021 年度末までにマグネシウム合金製自動車部材を作製することをマイルストーンとして計画を設定し、その進捗状況を報告し、自動車メーカーのアドバイスを頂くことを通じて、自動車部材試作に向けての研究開発の状況把握および摺り合わせを実施した。また、2022 年度は、開発した合金の室温成形限界調査、及び Mg-Al-Fe 同時化成処理の可能性超についても、上記分科会を定期的で開催し、状況把握および摺り合わせを実施した。

自動車部材開発についても今後、積極的な成果配信を実施していく。

成果の発信に関しては、軽金属学会春期・秋期講演大会においてテーマセッション「難燃性マグネシウム合金展伸部材創製のための最新技術開発」を定期的（年 1～2 回）に開催し、プロジェクトの成果を発信した（2022 年度末までに計 11 回開催）。また、各種論文誌にプロジェクトの成果を積極的に公表した。

(6) 実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030 年度）

○鉄道車両用部材開発（サブテーマ①、サブテーマ③）

鉄道車両用部材開発に関しては、プロジェクトにおいて、難燃性マグネシウム合金製車両用構体の設計指針の構築し、重量削減効果を検証した³⁾。そこでは、整備新幹線を対象とし、利用するマグネシウム合金製ダブルスキン型材の諸元は、アルミニウム合金製型材の場合と同等とした。また、車体の曲げ固有振動数が人体の固有振動との共振を回避することができるように相当曲げ剛性の目標値を 2.2 GN・m² に設定した。

荷重条件については、トンネル通過時の気密荷重の検討から始めた。気密荷重はトンネルの長さや数、通過速度、すれ違いの有無により変動する様々な値と頻度を有する荷重スペクトルとなる。荷重スペクトルの決定に際しては、JR 各社に協力頂き、整備新幹線の平均的な値が設定された。解析の結果、荷重スペクトルにおける最大荷重は 6.4kPa（内圧）であった。

次に、荷重スペクトルにおける最大荷重による塑性変形や座屈変形の防止について検討を行った。そこでは内圧 6.4 kPa を負荷した時の構体の周方向のモーメント分布

とせん断力分布を求め、ダブルスキン型材の面板の座屈強度を確保するための内部リブの間隔の最大値を求めた。この値を参考に、ダブルスキン型材の内部リブの配置を決めた後、3次元 FEM モデルを作成し静強度解析と座屈固有値解析を行い、内圧 6.4 kPa 負荷時に塑性変形や座屈変形が生じないことを確認した。

構体の相当曲げ剛性については、車両一両分の 3 次元 FEM モデルによる検証を行った。設計変数として窓開口寸法を選び、窓開口寸法により相当曲げ剛性の値が大きく変化することが判った。そして、窓開口寸法を従来の新幹線よりも小さくすることで設計目標の 2.2 GN・m² 以下を達成することができた。その際の構体質量は、アルミニウム合金製ダブルスキン構体の構体質量の実績値と比較して約 30%の軽量化の可能性を示す結果となった。

なお、構体の軽量化は、CO₂ 排出量削減に寄与するばかりで無く、車両の高速化にも大きく寄与することが知られている。過去の事例によると、新幹線の車両重量を 20%軽量化すると、営業最高速度が 10~20km/時アップするとの報告がある⁴⁾。ゆえに、経済的観点からは車両構体の軽量化は大きな効果を見込むことができる。

難燃性マグネシウム合金展伸材の適用先は、構体本体以外にも、室内床、側スカート、腰掛けフレームなどの内装材にも適用することが可能である。これらの重量の総量は構体の数割に相当することから、内装材への難燃性マグネシウム合金適用による、CO₂ 排出削減効果も大きいものである。

○自動車部材開発（サブテーマ②、サブテーマ③）

自動車用部材開発に関しては、日本マグネシウム協会内部に設置された自動車マグネシウム展伸材適用検討委員会において、自動車フロントフードをアルミニウムからマグネシウムに代替した場合の CO₂ 削減効果を試算した。そこでは、アルミニウムフード重量を 3.2kg、アルミニウムフードと等価剛性を有するマグネシウムフードの重量が 2.48kg と仮定し、アルミニウムフードとマグネシウムフードを搭載した際の CO₂ 発生量を試算した（本プロジェクトで試作したフロントフードの重量比も、上記の仮定と同様に、アルミニウムと等剛性になるように設計を行った）。なお、計算の際には、製錬の際に発生する CO₂ 発生量と自動車走行時に発生する CO₂ 発生量の足し合わせにより評価を行った。

その結果、従来のピジョン法でマグネシウムを製錬する場合は 150,000km 以上自動車を走行させると、マグネシウムフードが CO₂ 発生量の観点から優位になることが確認された。一方、従来の電解製錬法でマグネシウム合金を製錬する場合は製錬の観点からもマグネシウムフードの適用が CO₂ 発生量の観点からも優位となり、自動車を走行させればさせるほど CO₂ 発生量の観点から優位になることが明らかとなった。なお、マグネシウムダイカスト品に関する CO₂ 削減効果については、国際マグネシウム協会(IMA)の報告⁵⁾があり、ほぼ同じ結果が得られている。計算に利用した諸元については IMA の試算を参照されたい。

2.5.7.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.5.7-5 テーマ 34 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
⑤マグネシウム合金の応力腐食特性・耐環境特性評価【相模原分室、再委託先：茨城大学】 (2018年度)	新規開発 Mg 合金 (AX81) の母材及び接合材 (MIG、FSW) 継手部の耐環境脆化特性を明らかにする。また耐環境脆化特性に及ぼす合金組成や金属組織の影響を明らかにする。 (2018年度末)	高強度高延性を有する母材の機械的特性に及ぼす環境因子の影響について、低ひずみ速度引張応力腐食割れ試験と湿潤ガス応力腐食割れ試験により調査した。湿潤環境中の脆化挙動を調査し、評価手法の確立と妥当性を明らかにした。	○	

以下のサブテーマについては、テーマ 35 内に統合して記載。

- ⑤ 新難燃性マグネシウム合金の各種信頼性（疲労特性、腐食特性）の解明【名古屋守山分室：産業技術総合研究所】 → テーマ 35 ③-1。
- ⑥ 難燃性マグネシウム合金の高機能化技術に関する技術動向調査【名古屋守山分室、再委託先：日本マグネシウム協会】 → テーマ 35 ③-2。
- ⑦ 易加工性マグネシウム材（押出材）の開発【射水分室：三協立山】 → テーマ 35 ③-4
- ⑧ 高強度マグネシウム材（中板・厚板）の開発【相模原分室：権田金属工業】 → テーマ 35 ③-5
- ⑩ 高成形性マグネシウム材（薄板）の開発【伊丹分室：住友電気工業】 → テーマ 35 ③-6
- ⑪ Mg 合金の組織制御、成形加工中の変形メカニズム解明【伊丹分室、再委託：長岡技術科学大学】 → テーマ 35 ③-7
- ⑫ 高強度難燃性マグネシウム合金の押し出し成形技術開発【長洲分室：不二ライトメタル】 → テーマ 35 ③-8
- ⑬ 高強度難燃性マグネシウム合金ビレット製造技術開発【長洲分室、再委託：戸畑製作所】 → テーマ 35 ③-9

表 3-2.5.7-6 テーマ 35 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
①-1. Mg 合金部材の各種接合技術の確立及び鉄道車両構体製作指針の確立（横浜金沢分室：(株) 総合車両製作所）（2014～2021 年度）	新難燃性マグネシウム合金製の実物長の高速車両構体を作製するための接合・組立技術を構築する。 (2021 年度末)	各種接合方法が Mg 合金に適用可能であり、その接合技術を確立した。その各種接合方法を適用して鉄道車両構体の試作を実施することで、製作指針を実証確認することができた。	○	
①-2. Mg 合金部材の MIG 溶接技術の確立（木ノ本伸線（株））（2014～2020 年度）	新難燃性マグネシウム合金製の長尺部材による連続 MIG 溶接を達成する。 (2020 年度末)	ローラ回転法のビードオン試験及び平行移動法の溶接試験により連続 MIG 溶接の可能性確認済み。2020 度中に溶接試験部の評価を完了。	○	
①-3. FSW による各種難燃性 Mg 合金の接合継手特性評価（茨城県産業技術イノベーションセンター）（2014～2021 年度）	摩擦攪拌接合による各種難燃性 Mg 合金の継手効率 80%以上を目指す。また、長尺部材を健全に接合できる摩擦攪拌接合ツールを開発する。 (2021 年度末)	平板において、提案しているツール形状で新規開発各種難燃性 Mg 合金での継手効率 80%以上は達成しており、その改良により、実型材（中空）への適応が可能である。	○	
①-4 難燃性 Mg 合金大型展伸材の接合品質の非破壊評価技術の高度化（つくば千現分室：物質・材料研究機構）（2014～2020 年度）	接合欠陥の 2 次元位置標定を行う。また、無線 AE 計測システムと MI システムを接続し、計測データを活用できる基盤を整備する。 (2020 年度末)	1 次元標定を 2 軸組み合わせた 2 次元欠陥位置標定が可能となった。また、MI システムにワークフローを制御する API が実装され、計測データの解析が可能となった。	○	
①-5 難燃性 Mg 合金部材の構造物としての特性評価及び設計指針の構築	新難燃性マグネシウム合金製構体の基礎的設計技術の確立と事業化につ	疲労強度を改善する溶接接手を開発し気密疲労試験構体に適用した。次に、設計寿命 20 年間に	○	

<p>(明石分室：川崎重工業(株)) (2016～2021年度)</p>	<p>なげるための新難燃性マグネシウム合金製客室床の実車搭載。(2021年度末)</p>	<p>相当する構体気密疲労試験を計画、実施し疲労強度を実証した。さらに、静的強度として連結器荷重 980kN に対応した構造案を案出し FEM 解析により強度を実証した。また、事業化につなげるための適用例として、新難燃性マグネシウム合金製客室床の設計と検証を行い、新幹線試験電車 ALFA-X に搭載する実績を作った。</p>		
<p>①-6 難燃性 Mg 合金の二軸応力下における疲労強度特性評価(立命館大学)(2019～2020年度)</p>	<p>二軸疲労試験手法の構築ならびに多軸度および材料異方性を把握するための試験データを取得する。また、二軸応力下の疲労強度特性評価手法を提示する。 (2020年度末)</p>	<p>2019年度までに、二軸疲労試験を実施するために、試験体の形状決定・試作・検証および試験装置の製作を行った。上記の装置を元に2020年度に疲労試験を実施し、結果の妥当性を検証した。</p>	○	
<p>①-7 難燃性 Mg 合金の腐食データベースの作成、及び難燃性 Mg 合金製車両構体の表面処理仕様の確立 (小牧分室：大日本塗料(株)) (2014～2020年度)</p>	<p>これまでに開発した表面処理法を車両に適用するための、部位別の塗装仕様を構築する。また、大気暴露試験や促進試験で得られたデータをDB化する。 (2020年度末)</p>	<p>部位別の塗装仕様を構築し、大気暴露試験に懸架した。2020年末までに、開発合金母材(3年目)の評価を完了。接合材、表面処理材の評価はテーマ60で実施。</p>	○	
<p>①-8 難燃性 Mg 合金製車両構体に必要な化成処理施工技術の開発、及び難燃性 Mg 合金の</p>	<p>プロジェクトで開発した化成処理技術の確立を目指す。また、大気暴露試験や促進試験</p>	<p>化成処理技術については確立済み。促進試験での取得データも取得済み。屋外暴露結果(母材3年)については①-7において</p>	○	

腐食データベースの作成（ミリオン化学（株））（2014～2018年度）	で得られたデータをDB化する。 （2018年度末）	継続実施し、2020年末までにDB化完了。（接合材、表面処理材はテーマ60で継続実施。）		
①-9 難燃性 Mg 合金及び合金上に作製した皮膜の耐食性評価と耐食メカニズムの解明（芝浦工業大学） （2014～2019年度）	耐食メカニズムの解明を継続して進めると共に、表面処理による耐食性への効果、及び微量添加元素や組織形状が及ぼす腐食挙動の影響について調査解明する。 （2019年度末）	腐食メカニズムの解明、および表面処理の有効性、処理剤の組成の硬化につき、信頼性の裏づけデータとしての解明終了。	○	
②-1 Mg 合金による自動車部品試作、性能評価（湘南分室：（株）トヨタカスタマイジング&ディベロップメント） （2019～2022年度）	自動車フロントフードを製作し、部品としての性能評価を行い、自動車部品として実用化に向けた設計、技術の構築を目指す。 （2022年度末）	19年度末までに、フロントフードの目標特性の明確化の完了済み。21年度までに、フロントフード 1/1 スケール試作を完了し、プレス成型条件を構築した。	○	
②-2 Mg 合金-Al 合金の同時化成処理技術の開発（平塚分室：日本パークライジング（株）） （2019～2022年度）	自動車フロントフード製作用の化成処理技術を提供し、フロントフードとしての性能評価結果を取得することを目指す。 （2022年度末）	Zr 化成処理により、Mg-Al 同時処理が可能となることを見出した。また、処理条件を最適化することで Fe 同時処理も実現させる見通しが得られた。1/1 フロントフードにおいても良好な化成処理性を得た。	○	
②-3 Mg 合金-Al 合金の同時化成処理条件の最適化（ミリオン化学（株））（2019～2021年度）	自動車フロントフード製作用の化成処理薬剤や工法の最適化を行うことで、Mg-Al 同時化成処理技術の確立を目指す。	他の金属と同様に、Mg 合金に対する皮膜付着量の制御が可能であることが確認できた。これにより、自動車向け電着塗装に最適化することができ、最適付着量範囲の明	○	

	(2021 年度末)	確化が可能となった。		
③-1 Mg 合金の各種信頼性（疲労特性、腐食特性、成形性等）データベースの構築（名古屋守山分室：産総研）	鉄道車両構体用に開発した合金および自動車用途に開発した合金の疲労特性、耐食性、成形性等に関するデータを集約し、DBとして体系化する。 (2022 年度末)	他の分室と共同で難燃性 Mg 合金の母材・継ぎ手の平面曲げ疲労特性を系統的に取得した。また、主要元素濃度が耐食性に及ぼす影響を調査を行った。易成形性 Mg 合金の成形性も系統的に評価を実施。目標は十分に達成したと考える。	○	
③-2 Mg 合金の輸送器機への適用に関する技術動向調査（日本マグネシウム協会） (2014～2022 年度)	国内外で実施されるセミナー、学会等による情報収集により、開発されるマグネシウム合金、加工技術及び評価方法の標準化を図るためのデータ、情報を整備する。 (2022 年度末)	国内外で実施されたセミナー、学会等により、自動車等輸送機器部材向けマグネシウム合金等の材料開発、プレス成形・接合・表面処理等の二次加工技術の動向、適用動向を調査し、開発されるマグネシウム合金の汎用化、加工技術及び評価方法等に関する課題や問題点を抽出した。	○	
③-3 Mg 合金の接合プロセスの開発と接合部の強度信頼性評価（長岡技術科学大学） (2019～2021 年度)	各種接合法により得られたマグネシウム合金接合体の強度支配因子を明らかにし、強度信頼性の高い接合体を得られる接合法を示す。 (2021 年度末)	自動車で広く適用されている抵抗スポット溶接とセルフピアスリベット（SPR）接合を難燃性マグネシウム合金とアルミニウム合金の共材および異材接合に適用した。それぞれの接合体の強度特性や接合部の状態を明らかにした。破壊メカニズム及び強度支配因子を継続して検討し、実用的な接合部の設計法を提案した。	○	
③-4 易加工性 Mg 押出部材の開発	次世代高速車両構体および自動車構	気密疲労モックアップ構体の設計仕様に基づく大	○	

<p>(射水分室：三協立山(株)) (2014～2021年度)</p>	<p>造部材への適用を実現する、新規難燃性高速押出合金による大型・長尺押出型材の製造プロセス技術を工業レベルで確立する。 (2021年度末)</p>	<p>型中空押出型材(全17型)の作製を完遂。 自動車ドアビーム部材に要求される強度と易加工性を兼備した新規高速押出Mg合金を開発。実機による実部材の製造プロセス技術を構築した。</p>		
<p>③-5 高強度Mg材(中板・厚板)の開発(相模原分室：権田金属工業(株)) (2014～2020年度)</p>	<p>鉄道用材料では、開発合金のスケールアップ技術を開発し、実用化を達成するための課題を明確化する。自動車用材料では、合金組成と圧延プロセスの最適化により、フロントフードに要求される諸特性を持つ材料を開発する。 (2020年度末)</p>	<p>幅広圧延板材作製条件と各種特性および組織変化の関連付けにより、実機を用いて特性低下要因を調査した。他分室と連携し継手疲労試験を完了した。これまでに得た知見を基に気密構体部材の作製を行った。 自動車用材料の開発は強度、伸び、エリクセン値、集合組織強度および絞り温度の目標値を2019年度末までに達成したため研究を終了とした。</p>	○	
<p>③-6 高成形性Mg材(薄板)の適用技術開発(伊丹分室：住友電気工業(株)) (2014～2020年度)</p>	<p>自動車フロントフードに要求される諸特性を持つマグネシウム合金板材を開発する。また、作製し成形性、表面処理性の基礎特性を各々のプロセス開発担当機関と連携して評価する。 (2020年度末)</p>	<p>他の分室と共同で難燃性Mg合金の母材・継ぎ手の平面曲げ疲労特性を系統的に取得した。また、主要元素濃度が耐食性に及ぼす影響を調査した。易成形性Mg合金の成形性も系統的に評価し、目標を達成した。</p>	○	
<p>③-7 Mg合金の組織制御、成形加工</p>	<p>高強度高成形性マグネシウム合金の</p>	<p>マグネシウム合金板材の強度・延性や成形性に及</p>	○	

<p>中の変形メカニズム解明（長岡技術科学大学） （2014～2021年度）</p>	<p>強度・延性、成形性、および表面処理性に及ぼす晶出物、析出物、結晶粒径などの組織因子の影響を明らかにする。</p>	<p>ぼす各種組織因子の影響を明らかにし、8mmを超えるエリクセン値と良好な引張特性を兼備した板材を開発した。</p>		
<p>③-8 高強度難燃性 Mg 合金の押出し成形技術開発 （長洲分室：不二ライトメタル（株））</p>	<p>開発した高強度押出合金 AX92 及びチューニング合金を高速車両構体、自動車向け構造部材として量産化するための製造プロセス条件を導出する。 （2021 年度末）</p>	<p>開発合金 AX92 を用いて気密疲労試験構体の部材（床材、梁材）を作製した。自動車構造部材向けにチューニングした合金で耐力の目標値を達成。伸びを改善して 2021 年度中にドアビーム形材を試作した。</p>	○	
<p>③-9 高強度難燃性 Mg 合金ビレット製造技術開発 （戸畑製作所（株）） （2014～2020 年度）</p>	<p>テーマ③-8 の押出形材を作成するために必要なビレットの製造技術を確立する。 （2020 年度末）</p>	<p>AX92 合金の押出形材を作製するのに好適なビレットの製造条件を確立した。また、AX92 のチューニング合金ビレットの製造条件を評価し、目標を達成した。</p>	○	
<p>③-10 低温高成形性 Mg 合金展伸材の適用技術開発 （板橋分室：日本金属（株）） （2019～2022 年度）</p>	<p>自動車フード部材を製作するのに最適な低温成形性、耐食性、強度特性を兼備したマグネシウム合金展伸材を提供する。 （2022 年度末）</p>	<p>合金開発によってプレス温度の低温化と高強度化に取り組んだ。結果、室温エリクセン値で 8.6mm と目標値(8.0mm)を上回り、室温深絞りによる試作も成功した。強度も目標値(耐力 130MPa 以上)を達成した。また、1/1 フード試作においても 150℃(目標値)以下での成形を達成した。</p>	○	
<p>③-11 Mg 合金の加工時の組織評価 （つくば千現分</p>	<p>成形加工や塗装を模した加熱処理時の詳細な組織変化</p>	<p>合金元素添加が室温成形性と引っ張り特性に及ぼす影響について検討し、</p>	○	

<p>室：物質・材料研究機構) (2019～2021年度)</p>	<p>を評価することで成形および強度変化のメカニズムを解明することを目指す。 (2021年度末)</p>	<p>8mm をこえるエリクセン値を発現させるための組織設計指針を導出。</p>		
---------------------------------------	--	--	--	--

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

テーマ 34

(5) マグネシウム合金の応力腐食特性・耐環境特性評価【権田金属工業、再委託先：茨城大学】

本研究開発では、新規開発マグネシウム合金の母材や接合材の組織や組成が、引張特性、SCC 特性に及ぼす試験環境の影響について調査を行った。その結果、以下の知見を見出した。

開発合金である AX81G 合金と汎用合金である AZX611 合金を用いて、高強度高延性を有する母材の機械的特性に及ぼす環境因子の影響について、低ひずみ速度引張応力腐食割れ試験（SSRT 引張試験）と湿潤ガス応力腐食割れ試験（HG-SCC 試験）により調査した。SSRT 引張試験の結果から、AX81 合金圧延材では既存合金よりも亀裂が発生しにくいことが示された。一方湿潤環境中での脆化挙動をマグネシウム合金でも確認することができ評価手法も確立した。図 3-2.5.7-4 に示す HG-SCC 試験結果から、汎用合金である AZX611 合金に比べてアルミニウム濃度の高い AX81G 合金に関しては、湿潤中で亀裂が進展しやすいことが分かった。これらの現象には合金組成のほかに、AX81 合金において伸びと強度を両立させる組織制御を行っていることに起因する残留応力も影響していると考えられた。さらに、摩擦攪拌プロセス（FSP）処理とその後の焼きなましにより結晶粒径を変化させ、結晶粒径が引張特性に及ぼす影響について検討した結果、図 3-2.5.7-5 に示す通り、結晶粒径だけで強度や延性が整理できないことが分かった。集合組織、変形組織、合金元素の固溶析出状態を含め、多角的に捉える必要性を見出した。

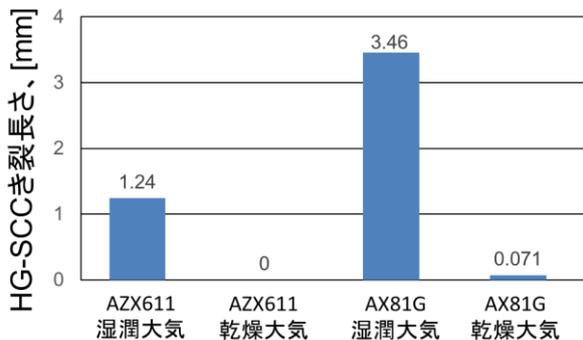


図 3-2.5.7-4 HG-SCC 試験結果（試験は、定変位方式によりほぼ基準に基づいて行ったが、変位保持期間は、事業期間内に結果を出すために本来の 90d ではなく、30d に短縮した。また乾燥大気中の試験は規定されていないが、参考のために行った）

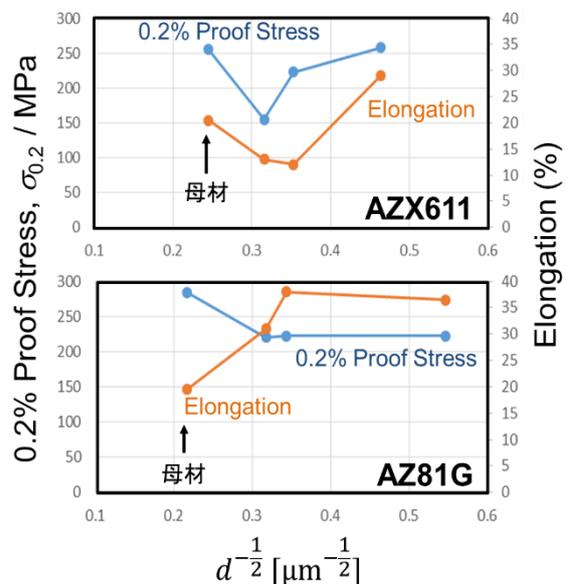


図 3-2.5.7-5 結晶粒径に対する 0.2%耐力と破断伸びの関係

以下のサブテーマについては、テーマ 35 内に統合して記載。

- ⑨ 新難燃性マグネシウム合金の各種信頼性（疲労特性、腐食特性）の解明【名古屋守山分室：産業技術総合研究所】 → テーマ 35 ③-1。
- ⑩ 難燃性マグネシウム合金の高機能化技術に関する技術動向調査【名古屋守山分室、再委託先：日本マグネシウム協会】 → テーマ 35 ③-2。
- ⑪ 易加工性マグネシウム材（押出材）の開発【射水分室：三協立山】 → テーマ 35 ③-4
- ⑫ 高強度マグネシウム材（中板・厚板）の開発【相模原分室：権田金属工業】 → テーマ 35 ③-5
- ⑬ 高成形性マグネシウム材（薄板）の開発【伊丹分室：住友電気工業】 → テーマ 35 ③-6
- ⑭ Mg 合金の組織制御、成形加工中の変形メカニズム解明【伊丹分室、再委託：長岡技術科学大学】 → テーマ 35 ③-7
- ⑮ 高強度難燃性マグネシウム合金の押出し成形技術開発【長洲分室：不二ライトメタル】 → テーマ 35 ③-8

高強度難燃性マグネシウム合金ビレット製造技術開発【長洲分室、再委託：戸畑製作所】 → テーマ 35 ③-9

テーマ 35

①-1 マグネシウム合金部材の各種接合技術の確立及び鉄道車両構体の製作指針の確立【総合車両製作所】

2019 年度は、気密疲労試験用構体を製作することで、各種接合技術の適用可能性、組立技術及び表面処理技術を検討、主要となる課題を抽出し、その解決策を検証した。気密疲労試験での最弱部は溶接継手部になることが予測できるので、その部位の疲労評価になる。その接合部の開先継手は、押出加工と接合の両者が可能であり、疲労寿命を十分に満足する適正な開先の形状・寸法を解析結果と試験片の疲労試験により明確にした。また、構体組立最終時の総組工程では、屋根構体と側構体、側構体と台枠の結合時に寸法や角度を調整する必要から、つなぎ金を使用する構造として組立を容易にした。

構体の構成は、**図 3-2.5.7-6** に示すように次の通りとした。屋根構体および側構体は、高速押出合金 AX41 のダブルスキン形材を使用し、台枠の床板・横はりが高強度合金 AX92 の中実形材を、ゴム継手の固定部に高強度圧延合金 AX81G を適用し、妻構体は鉄製の気密仕切りを使用した。今回の気密疲労試験用構体は、アルミニウム合金製車両構体の 25m 長さの一般部と剛性が同等になるように 3 分割で設計し、ダブルスキン形材の開先継手は前年度に開発した溶接継手にミグ溶接を適用して組立を行った。床板同士の接合には FSW（摩擦攪拌接合）を適用した。溶接ビードを研削する際に発生する切粉の取扱いは、安全のために専用の乾式集塵機とジャバラ式テントを使用し、切粉の飛散防止と、大型構造物ではあるが一作業一清掃のルールを確実に実行した。前回と同様に鉄製の治具およびアルミ合金製の型板を使用して製作を進めた。各構体パネルの長さ調整、窓穴の加工および側はりの切り欠きは、ルーター加工機を使用して加工した。

各構体同士の接続には、**図 3-2.5.7-7** に示すようにブラインドリベットで固定するゴム継手を使用した。この部分には気密保持のために接着剤も使用した。接着剤を使用する部位は、ポリカーボネート製窓を接着固定する部分と合わせて接着力を保持するために化成処理加工を行った。

これまでの成果からステップアップして世界初、世界最長のオールマグネシウム合金製で、断面が実物サイズの鉄道車両気密構体を製作することができた。この構体の寸法は、幅 3480mm、高さ 2880mm、長さ 5000mm であり、質量 2,900kg である。試作した気密構体では長さ 3000mm の構体中央部は 200kg/m となり、アルミニウム合金製構体の 300kg/m と比較すると、33%の軽量化を達成することができた。

さらに実用に近づくために、今回の構体を使用して、新幹線構体の評価試験の中では最も耐久性に重要である気密疲労試験を行うことにより、実用化に必要な要素技術に対する課題を明確にしていく。今後取り組むべき項目は次のとおりである。

- 1) 開発合金の特性を維持・向上させる部材製造プロセス技術（素材製造、溶接、表面処理）の高度化。
- 2) 開発合金による広幅形材・長尺形材・プレス成型体の製造技術の確立。
- 3) 各種車両構体用部材の長尺接合技術および溶接ビードの余盛を研削した切粉を安全に取扱う処理技術の確立。

- 4) 車両構体の一般部断面に加えて、車端部、連結部の構体設計技術の確立。
- 5) 開発合金の疲労・耐食性等の信頼性データ、特に接合継手の疲労試験データ取得と計算科学 (MI) の活用



図 3-2.5.7-6 気密疲労試験用 6 面体構体



図 3-2.5.7-7 構体接続部の拡大図

2020 年度は、気密疲労試験用構体を製作する過程で、MIG 溶接、TIG 溶接による接合技術の適用可能性や組立技術及び表面処理技術を実物の鉄道車両構体を製作することにより検討し、課題を抽出し、その解決策を検証してきた。2021 年度は、構体の客室に搭載する客室床を試作して、試験的に新幹線に設置して軽量化及び吸音特性を検証することとした。

既存の客室床は、アルミ合金製ハニカムパネル構造であり、接着技術を利用して組立を行っている。本年度に製作した客室床は、難燃性マグネシウム合金製の枠組に充填剤を注入し難燃性マグネシウム合金製床板を表裏面に接着した構造とした。総合車輛製作所はこの枠組の製作を担当した。枠構造は、オールマグネシウム合金製で、開発合金である AX41 材と AX92 材を適用した。AX41 材の枠材は押出型材で形状が 2 種類あり、枠の長手方向の枠材 1 と短手方向の枠材 2 に使い分けている。図 3-2.5.7-8 に枠の外観と部材を示す。AX92 材の補強材も押出型材で製作されている。それぞれの材料は、図 3-2.5.7-8 に示す部位に使用されている。

溶接施工・組立は、すべて TIG 溶接を適用して、溶加材には AZX611 材 (φ3.0) の溶加棒を使用した。継手の形状は、突合せ継手と隅肉継手になった。TIG 溶接の接合条件は、電流値が 90~110A で施工を行った。TIG 溶接施工後にサンダーを使用して溶接ビードの余盛となる部分を平らに研削加工を行い、この後工程になる床板の接着時にガタや隙間が発生しないように仕上げを行った。仕上げを行った部位にブローホールなどの欠陥が現れることも無かった。溶接によるひずみはほとんどなく、枠構造体としての変形はみられなかった。

TIG 溶接法を用いて開発した難燃性マグネシウム合金製押出型材を溶接施工後に溶接ビードの仕上げを行い、強度と精度を兼ね備えた軽量客室床の枠構造体を製作する

ことができた。

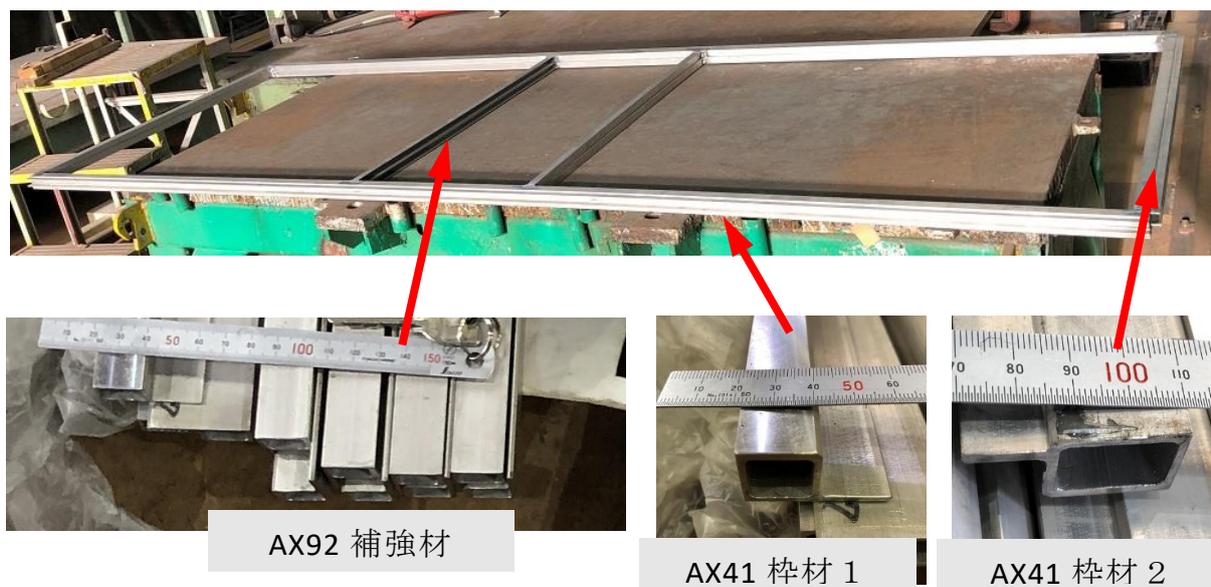


図 3-2.5.7-8 客室床の枠構造体とその部材

①-2 マグネシウム合金部材の MIG 溶接技術の確立【総合車両製作所、再委託先：木ノ本伸線】

2019 年度の本研究では、新難燃性マグネシウム合金の大型押出型材や圧延板材の使用を想定して、溶接ロボットを用いた平行移動法による長尺 MIG 溶接の連続溶接試験を行い、長尺連続溶接の可能性と課題を確認した。供試材は難燃性マグネシウム合金 AZX611 の圧延板材および AXM4102 の押出板材とし、溶加材ワイヤは AZX611 を用いた。MIG 溶接機はデジタルインバータ制御式パルス MIG 溶接機を使用した。溶接条件は電流 136 ～146 A、電圧 16.9 ～18.0 V、シールドガスとして工業用アルゴンガスを使用した。溶接ワイヤは外径寸法 $\phi 1.2$ mm のものを用いて、溶接速度が 750 mm/min で MIG 溶接を行った結果、良好な継手を得ることができた。試験中のアーク状態、溶接ビード外観、断面マクロを観察し、溶け込み状態が良好であることを確認した。AXM4102 長尺 MIG 溶接の外観を図 3-2.5.7-9、断面マクロを図 3-2.5.7-10 に示す。



図 3-2.5.7-9 AXM4102 の長尺 MIG 溶接外観



図 3-2.5.7-10 AXM4102 の長尺 MIG 溶接断面マクロ写真

①-3 摩擦攪拌接合 (FSW) による各種難燃性マグネシウム合金の接合継手特性評価
【総合車両製作所、再委託先：茨城県産業技術イノベーションセンター】

2019～2020 年度は、気密試験構体に使用した開発合金を対象として、接合速度：5～30mm/s、ツール回転数：1000rpm～3000rpm の範囲で摩擦攪拌接合(FSW)試験を行い、FSW 条件を評価した。接合供試材（押出形材）には側構体に利用した AX41（三協立山（株））と、床梁に使用した AX92（不二ライトメタル（株））を用いた。板厚 3mm、板幅 70mm に加工し、押出方向と平行に長さ 200mm 接合した。接合ツール（材質：SKD61）にはショルダー径 $\phi 12\text{mm}$ 、ショルダー角 4° 、プローブには M6（材質：SCM）の直径 $\phi 6\text{mm}$ 、長さ 2.8mm を用いた。前進角 3° で接合長さ（ツール移動距離）200mm とし大気中で接合した。また、プローブを $\phi 6\text{mm}$ から $\phi 8$ 、4、3mm と変化させ接合特性を評価した。プローブ先端は材料表面に接してから 2.9mm 一定速度で挿入し接合した。保持時間は 5s とした。なお、接合材の固定には本事業で開発した油圧横押しえくランプシステムを用いて、突合せ部が開口しない荷重 10kN で押しつけて固定した。

プローブ径を変化させることでの、接合部の機械的特性への影響は殆ど確認されなかった。しかし、接合時の接合方向への抵抗が約 20%程度低下（ $\phi 6\text{mm} \rightarrow \phi 4\text{mm}$ ）した。これは、接合ツールへの負荷が減ることを示し、接合ツール寿命の向上が期待できる。しかし、母材強度の高い AX92 において、プローブ径 $\phi 4\text{mm}$ では接合中にプローブ破損が発生し、長尺の接合が困難であることが確認された。

一方、プローブ径を大きくすると、接合部欠陥が発生しやすくなり、健全な接合条件が得られる領域が狭くなった。また、再現性も低下した。従って、プローブ径 $\phi 6\text{mm}$ が、開発合金（AX41、AX92）に効果的な接合ツールの形状であることが考えられた。また、プローブの材質についても検討したが、安価で入手しやすい SCM に対して、インコネル、チタン等を比較材として用いたが、チタンでは凝着が確認された。AX92 と AX41 とでは AX92 での凝着（) が多く確認されたことから、チタンとマグネシウム合金内のアルミニウムとの金属間化合物が影響していることが予測された。耐酸化性の高いイリジウムを含んだ合金を接合ツール素材として用いた場合、凝着も少なく安定した接合材が得られた。しかし、イリジウム合金は高価であるため実用化には適さないと考えられる（異材接合には有効性が高い）。

開発合金は、一般的なマグネシウム合金と比べ接合部表面に発生するささくれ量が多い傾向にある。健全な FSW 継手を再現性高く得ることは可能であるが、高強度合金（AX92）等の長尺接合では、適切な接合ツール形状、及び材質の選定が必要である。今後は安定して高速で接合を可能とする、中空型材の長尺接合の実現を目指す。

2021年度は、（株）総合車両製作所及び三協立山（株）と協議し、FSW用に改良した中空型材を再設計・製作した。FSWによる評価試験では、長さ約330mmの形材を対象とした。また、2021年度は、圧延材（薄板材：板厚3mm以下）を日本金属(株)より提供頂、同様の評価を実施した。

接合速度：5～30mm/s、ツール回転数：1000～3000rpmの範囲でFSW試験を行い、接合条件を評価した。供試材にはAX41押出材（三協立山（株）製）と日本金属（株）製の圧延材を用いた。板厚3mm以下とした。接合方法はFSWツールを供試材

の突合せ面へ挿入し、一定速度で300mmの長さを連続的に摩擦攪拌接合した。接合ツール（材質：SKD61）には、ショルダー径 $\phi 12\text{mm}$ 、ショルダー角 4° 、前進角 3° で接合長さ（ツール移動距離）330mmとし大気中で接合した。プローブ形状は各供試材に対して各種設計した。中空型材ではM4（材質：SCM）の直径 $\phi 4\text{mm}$ 、長さ5mmを用いた。薄板圧延材では、薄板のため半球状のプローブを新規に設計した。

評価結果を以下に示す。改良したFSW用中空型材では、突合せ面に対して真下に幅3mmの柱が配置されるよう形状変更した。前のモデルと比べ幅を1mm増加した。その結果、型材の厚さ方向の接合中における変形量が小さくなり、複雑な圧力制御を用いなくとも、位置制御により健全なFSW継手を連続的に実現することに成功した。

改良中空型材のFSWでは、AX41合金の接合条件である、接合ツール回転数：2000rpm、接合速度：10mm/sでの接合に成功し、顕著な外部欠陥の発生も確認されない。さらには、X線CTにより内部の非破壊内部欠陥観察も実施したが、改良前に発生していた断続的な内部欠陥の発生は確認されなかった。接合ツール回転数1000rpm、接合速度：10mm/sにおいても同様な健全な型材の接合継手の接合に成功した。中空型材1mの長尺接合（AX41中空型材）にも成功した。

薄板材のFSWでは、中空型材で用いていた接合ツール形状（ショルダー径 $\phi 12\text{mm}$ ）では接合不可であることが確認された。ショルダーが大きく摩擦力が大きいため、薄板材の剛性不足により、接合中に攪拌部近傍に大きなうねりが発生することで連足的な接合を行うことが出来ない。そこで、ショルダー径を $\phi 8\text{mm}$ とし接合を実施し接合中のうねりは抑制できたが欠陥の発生は抑制できないことが確認された。さらに、プローブ形状については、各種形状を検討した結果、板厚が薄いため、板厚方向の攪拌は多く必要ないと考え、スレッド状（ねじ形状）から半球状のプローブ形状（ねじ無形状）とした。図3-2.5.7-11 (b)に、今回新たに設計した新型プローブ形状を示す。

新型プローブを用いて薄板材の接合条件を検討し、欠陥及び大きなうねり無く300mm以上を連続的に接合することを実現した。また、同接合条件において、3m以上の連続的で欠陥の無い健全な長尺接合も実現した。これにより、高速車両構体内部部品を製造し、実走評価も実施、内装部材の軽量化を達成した。

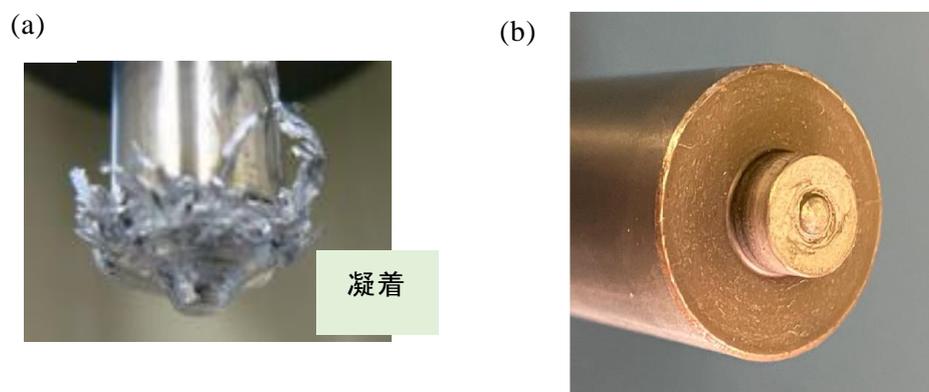


図 3-2.5.7-11 (a)ツールへの凝着状況, (b) 新規プローブ外観

①-4 難燃性マグネシウム合金大型展伸材の接合品質の非破壊評価技術の高度化【物質・材料研究機構】

2019～2020 年度は、アコースティック・エミッション (AE) 連続波形計測を無線化できる独自開発装置である「無線 CWM (Continuous Wave Memory)」の改良と、同装置の難燃性マグネシウム接合プロセスのモニタリングへの適用による内部欠陥の検出および評価を行った。

無線 CWM は、2019 年度までに AE 計測に必要な性能を備えることができたが、計測中は子機 (IoT 機器) の CPU・メモリ・ストレージ・Wi-Fi が常時高負荷であったため、偶発的事由で発生するリトライ等に対応できる余裕が少なく、データ欠落やハングアップが生じる等の安定性の課題があった。そこで、2020 年度は、高負荷状態での当該 IoT 機器の詳細な挙動を調査し、前述のような不安定化が起こらないよう改善した。また、無線化のため新開発した部分と既存 CWM 部分との互換性が不十分であったため、計測にやや複雑な手順があった部分も改善し、簡便に計測可能とした。

この無線 CWM を用いて、AX41, AX92 難燃性マグネシウム合金展伸材の接合プロセスの AE モニタリングを行った。本モニタリングは材料や接合法に依存せず適用可能な手法だが、2020 年度も検証のため、機械制御で自動的に接合を行える (手作業に依存しない) FSW を扱った。FSW はツール回転数と移動速度で入熱量を変化させながら行った。その結果、特に、入熱不足の際に板材内部に部分的に発生する空洞をとまなう接合欠陥が検出できることが示された。図 3-2.5.7-12 に図示した例では、接合前半と接合後半で大きさの異なる、ツール 1 回転ごとと、2 回転ごとに繰り返す欠陥が生じていた。これに対し、AE が 2 回転の中でいつ発生したものであるかタイミングを測ると、観察結果と同様の偏りが明確に見られた。このように、入熱不足ではツール回転の周囲で板材内部に欠陥が生じ、それが AE として検出できることが示された。本欠陥のように試料の一部にしか発生せず、しかも表面から見えない欠陥がリアルタイムに検出できることは、今回開発した AE 計測手法の有用性を示したと言える。

一方、キッシングボンドは、ツール通過後に板が反る場合は、微小き裂が進展して AE を発生させるため間接的に検出できる場合があったが、直接かつ確実に AE が検出できるとは言えなかった。また、入熱過剰時の板材表面の荒れは、多数の AE が重畳した連続型 AE として検出されたと推定できたが、ノイズとの区別が困難であった。ただしキッシングボンドや表面荒れは容易に表面観察で発見できる。

このように、2020 年度の研究により、無線 AE 計測による接合のインプロセスモニタリングができる計測装置は十分な性能と安定性が得られ、また板材内部に発生する欠陥も検出できることが示された。

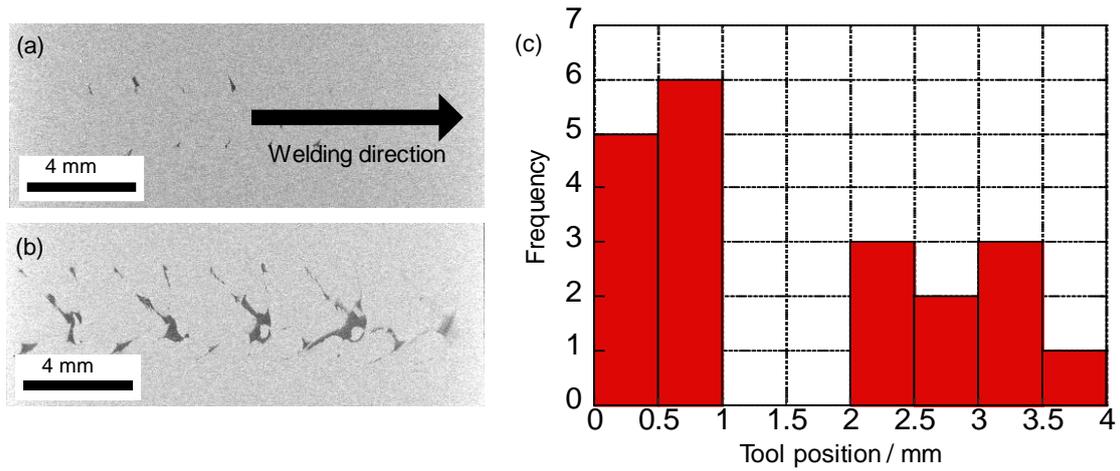


図 3-2.5.7-12 AX92 材, ツール回転数 600 rpm, ツール速度 20 mm/s (a) 接合前半, (b)接合後半の接合線付近の X 線 CT 画像, (c) 同試験中の AE 検出タイミング

①-5 難燃性マグネシウム合金部材の構造物としての特性評価及び設計指針の構築
【川崎重工業、再委託先：川崎車両】

①-6 難燃性マグネシウム合金の二軸応力下における疲労強度特性評価【川崎重工業、再委託先：立命館大学】(①-5 および①-6 の成果をまとめて記載)

1. 研究開発の内容及び成果等

鉄道車両構体として運用される状態を模擬した条件における難燃性マグネシウム合金の構造物としての特性を取得し得られた知見を基に鉄道車両用構体の設計指針を構築する。具体的には、a)実構造に適用する際の継手構造の強度特性の把握とその改善方法の検討、b)圧延方向(押出方向)による強度特性の検証、c)異種材料との接触部の耐食性の検証などにより構造物としての特性を取得するとともに d)構体の気密疲労強度、e)車端圧縮荷重に対する静強度の検証を行った。さらに事業化につなげるための適用事例として、d)新難燃性マグネシウム合金製客室床の設計と検証を行った。

2. 成果

a)実構造に適用する際の継手構造の強度特性の把握とその改善方法の検討に関しては、構体の最終組立(構体結合)に用いられてきた開先隅肉溶接継手の疲労強度が低いことが 2018 年度に確認されたため、構体結合用溶接接手を新たに考案し疲労試験により従来の開先隅肉溶接接手に比べて強度向上を確認した(図 3-2.5.7-13)。

b)圧延方向(押出方向)による強度特性の検証に関しては、主応力比が 1 程度の応力場における等 2 軸疲労試験の実施のために、立命館大学(再委託先)にて、十字型試験片の形状(図 3-2.5.7-14)を FEM 解析にて決定するとともにマグネシウムのヤング率に起因する低荷重大変位に対応するための試験装置(図 3-2.5.7-15)の制御プログラムの改修ののち疲労試験を実施した。等二軸疲労試験の試験結果を、図 3-2.5.7-16 と図 3-2.5.7-17 のミーゼスの相当応力振幅-破損寿命線図の丸プロットで示す。なお、図中の各実線は明石分室における切欠き試験片での試験結果である。

AX41 は、単軸負荷下において押出方向(ED)よりも、板幅方向(TD)で破損寿命が短くなる材質である。等二軸負荷を与えた際には、TD に近い破損寿命となるものの、やや寿命が低下する傾向がみられた。また、ED:TD の応力比が 1:4 となる負荷を与えた場合は、等二軸状態よりもさらに短寿命となる。

AX81G は、単軸負荷下において ED と TD で破損寿命が同程度の材質である。取得した応力振幅は限定されるものの、等二軸負荷を与えた際には、TD 単軸・ED 単軸よりも破損寿命が低下する傾向がみられた。ただし、ED:TD の応力比 1:4 および 4:1 の結果を含めると、応力振幅の大きさによって、最も短寿命となる応力比が変化した。

d)構体気密疲労試験の実施に関しては、気密疲労試験構体の設計として、2017 年度に設計した構体モックアップの構造を基にした改良設計を行った。気密疲労試験構体では、疲労強度の向上のために 2018 年度に開発した裏当て付き開先溶接接手や 2019 年度に開発した構体結合用溶接接手を適用するとともに、特に高応力が発生していた肩 R 部については、ダブルスキン構造の厚みを 10mm 大きくするなどの変更を行った(図 3-2.5.7-18)。また、試験構体は亀裂の有無の観察のため無塗装であるた

め、試験準備として、試験候補地における無塗装の構体材料の暴露試験を実施した。その結果、想定される試験期間（半年から1年程度）では、腐食減量が小さく試験構体の板厚に腐食代を設ける必要が無いことを確認した。また、気密疲労試験において圧力サイクルを発生させるための試験装置を設計するとともに、模擬試験構体を用いた性能検証試験を行い、設計時のシミュレーション結果と同等の圧力サイクルを発生させることができることを確認した(図 3-2.5.7-19)。

2020年度には図 3-2.5.7-20 に示す新幹線の客室一般部を模擬した試験構体を用いて、トンネル通過時の圧力変動を模擬した静荷重試験と疲労試験を実施した。気密仕切りと評価部の間に剛性調整部（Stiffness transition part）を設けることで全長を5mに抑えた設計であり今までに実績のない設計であったが、静荷重試験を行いその結果から客室一般部としての疲労強度の評価が可能なが確認できた。

静荷重試験におけるゲージ配置を図 3-2.5.7-21 に示す。変形量は、図 3-2.5.7-22 に示すように屋根構体以外で、解析結果とよく整合する結果であった。屋根構体の変形に関しては、FEM 解析結果と比較して7割程度の測定値であったが、これは、屋根構体がねじれた状態で組立てられていることが原因であると考えられる。ねじれ量はアルミ合金製構体の公差幅に入る値であり実際の製造現場で起こりえる程度の値であるので、この試験構体によって実車両を模擬した疲労強度評価が可能であると考えられる。なお、床板のFSWには補修が不可能で亀裂が残った状態で試験を行っているが、台枠が骨皮構造であり床板（皮）が破断しても骨に当たる横ハリが荷重を支え続ける冗長性があるので、FEM 解析と同等の変形量に収まっていると考えられる。

静荷重試験における応力値とFEM 解析結果の比較を図 3-2.5.7-23 に示す。裏当て付き開先溶接接手の溶け込みの非破壊検査はUTで行われるが、ダブルスキン構造の場合、様々なエコーが重なるためにUTでは検出が困難である課題がある。このため、今回は、溶接線に歪ゲージを貼り付けるとともに、FEM 解析モデルも溶接線の溶接金属をモデル化することで、その応力値の比較による溶け込み不足の検出を試みている。軒部内面の西側の溶接線においてFEM 解析結果と比較して高い応力値が測定されたので、この溶接線については溶け込み不足の可能性がある結果であった。

静荷重試験の後、2020年7月7日から疲労試験を開始した。荷重繰返し数の履歴を図 3-2.5.7-24 に示す。試験開始直後の7月9日（1450サイクル）に屋根構体の溶接線に亀裂が見つかり補修を実施した。疲労破壊ではなく溶け込み不足による亀裂であった。疲労試験開始当初は、ゴム継手の不具合や床板のFSWの亀裂拡大の対策のため繰返し数を進めることができない状態が8月まで続いたが、9月ごろから対策の効果で荷重繰返し回数を進めることができるようになった。しかしながら、この時点で計画に対し約2か月の遅れとなった。このため10月からは夜間の自動運転を開始することで進捗を早め、約1か月遅れの2021年1月23日に目標の 1.47×10^5 回に達し試験を完了した。疲労試験の期間中に計画していた溶接部のPT（浸透探傷試験）を4回実施した。ダブルスキン構造の客室一般部を模擬した評価部について4回目のPTまでは、進展するような亀裂は見つからなかった。4回目のPTにおいて静荷重試験で溶け込み不足の可能性が高い結果であった軒部内面の溶接線（西側）に亀裂が発見され、その後、進展したので補強を追加して試験を続行している。

溶け込み不足の溶接部以外に、評価部のダブルスキン構造に補強の追加が必要になるような損傷が生じていないことから、難燃性マグネシウム合金製構体の客室一般部のダブルスキン構造の安全寿命設計の信頼性を実証することができた。

最後に、疲労試験を完了した試験構体を用いて切出し法による残留応力測定も追加で実施した（図 3-2.5.7-25）。アルミ合金製構体でもほとんど測定例がないことから貴重なデータが得られた。

2021 年度は試験構体から切り出した継手サンプルの溶接部の溶け込み調査と残強度試験を実施した。

溶接部の溶け込み調査は、図 3-2.5.7-26、図 3-2.5.7-28 の白丸部について行った。軒部については、東側と西側で比較して溶け込みに大きな差はみられなかったが、②W について図 3-2.5.7-27 に示す融合不良が見つかった。2020 年度の構体気密疲労試験では、西側の軒部の溶接部で亀裂が見つかったが、このような融合不良が発生していた可能性が考えられる。吹寄せ部については、図 3-2.5.7-29 に示すように西側、東側の溶け込みは十分であるが、東側については、裏当て金が浮いた状態となっていた。

残強度の確認は、断面形状に曲率が無い吹寄せ部について軸疲労試験を実施した。試験体の採取位置を図 3-2.5.7-30 に、試験結果を図 3-2.5.7-31 に示す。残強度試験結果は、2018 年の継手疲労試験結果から求めた設計線をやや下回るものの 1 点をのぞきその差は 10MPa 未満でありほぼ同等の値となった。10MPa 程度の差が生じた 1 点は、図 3-2.5.7-30 (b)の⑤-3 の部位から切り出した試験片の結果であるが、図 3-2.5.7-29 の①E に示す裏当て金の浮きが疲労強度に影響している可能性が考えられる。なお、残強度試験を行った吹寄せ部の溶接接手は、気密荷重負荷時の発生応力が低い部位であったので、疲労損傷は小さく、2018 年に実施した継手疲労試験の平均線のデータからマイナー則による疲労損傷を考慮して求めた残強度の予測値は、設計線とほぼ同等の値となっている。

e)車端圧縮荷重に対する静強度の検証に関して、連結器荷重：980kN に対応する構造案を案出して強度の実証のために FEM 解析を実施した。まず、改良設計のために中ハリの材料が従来のアルミ合金から難燃性 Mg 合金に変更されることによる多列リベット継手の端部リベットの荷重分担率の変化について検討を行った。ただし、式の導出が複雑となるので図 3-2.5.7-32 に示すように伴板モリ（連結器の緩衝ゴムを支える部品）と中ハリの板厚は同一とし、列数も 4 列として簡略化して端部リベットの荷重分担率 R を求めた。この式を用いた数値計算の結果を図 3-2.5.7-33 に示す。中ハリの材料を鋼→アルミ→マグネシウムに変化させることで、 $E2/E1$ の値は、 $1 \rightarrow 0.34 \rightarrow 0.21$ に変化する。これにより端部リベットの荷重分担率 R は、 $0.32 \rightarrow 0.41 \rightarrow 0.44$ となった。この結果は、中ハリの難燃 Mg 合金化により、中ハリがアルミ合金製の構造と比較して、最大荷重が生じるリベット位置で、1 割程度の荷重増加が見込まれることになる。現状のアルミ合金製構造で発生応力が耐力に近い構造の場合、マグネシウム合金の耐力がアルミ合金と同等であっても強度不足となる結果と見られる結果となった。このため、連結器取付部の構造を抜本的に見直すことにした。

連結器取付部試験体について、従来構造と改良構造案を図 3-2.5.7-34 に示す。従来構造の伴板モリ（連結器の緩衝ゴムを保持する部品）は、左右対称な構造であるが、上下対称ではない。このため上下に荷重伝達が不均一になる。改良構造案は左右対称、上下対称の構造とすることで荷重伝達が上下にも均一にすることを設計コンセプトとした。改良構造案の連結器荷重 980kN 負荷時の FEM 解析結果を図 3-2.5.7-35 に示す。改良構造案では、伴板モリ（鋼構造）の最大発生応力は 349MPa で材料 SMA570 の耐力 460MPa に対して低い値となった。また、中ハリにおける圧縮最大発生応力は、ダブルリングプレートで発生し 157MPa であった。この値は、ダブルリングプレートの材料 AX81G の圧縮耐力 157MPa（実験値）以下の値とである。なお、従来構造では、伴板モリの最大発生応力は 456MPa、中ハリの圧縮最大応力は 177MPa であったので、改良構造案とすることで、伴板モリでは-23%、中ハリでは、-11%の応力低減の効果が得られた。

新幹線用客室床への難燃性マグネシウム合金の適用について、目的を従来のアルミ合金製客室床に対する軽量化とした。一方、客室床には台車からの騒音の遮音という機能が要求されるが、遮音性は遮音壁の質量が大きいほど高くなる性質（質量則）があるので、軽量化しながら必要な遮音性を確保することが設計課題となった。このため設計コンセプトは、①適用部位を台車から遠い車体中央部に限定することで必要な遮音性のレベルを下げる。②コインシデンス効果の回避による遮音性の向上（従来、車体中央部に適用されているアルミ合金製床板は、芯材にアルミハニカムを用いていて、コインシデンス効果による遮音性の低下がある）とした。まず、②について、アルミハニカムの代わりに芯材として様々な種類の発泡樹脂を適用した場合のメーカーとしてのノウハウから発泡樹脂の仕様を決定し、客室床として構成した場合の透過損失の測定を行った結果を図 3-2.5.7-36 に示す。これにより難燃性マグネシウム合金製客室床は、従来のアルミニウム合金製客室床と同等の透過損失特性が得られていることが試験体レベルで確認できた。次のステップとして、実車両に搭載するための必要条件となる鉄道車両用材料燃焼性試験や図 3-2.5.7-37 に示す各種の強度試験を実施した。鉄道車両用材料燃焼試験では、不燃性の判定を得た。また、各種の強度試験では、アルミ合金製床板と同等以上の結果が得られた。そして、これらの事前の検証の後、東日本旅客鉄道株式会社のご協力、新幹線試験電車 ALFA-X の中間車の 1 両に難燃性 Mg 合金製客室床を搭載し軽量化の効果と室内騒音への影響の評価を行った。適用部位は、設計コンセプトの①に基づき、図 3-2.5.7-38 に示すように車体中央部の客室部（幅 3m、長さ 9m）とし、アルミ合金製床板と比較して約 50kg（約 23%）の軽量化を確認した。室内騒音についても、アルミ合金製床板の場合と比較して同等であることを確認した。

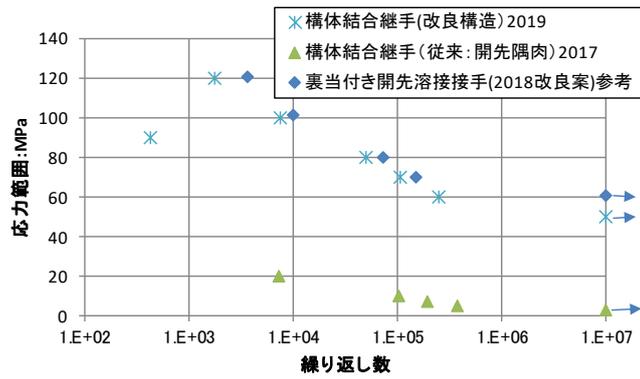


図 3-2.5.7-13 構体結合用溶接接手の疲労試験結果

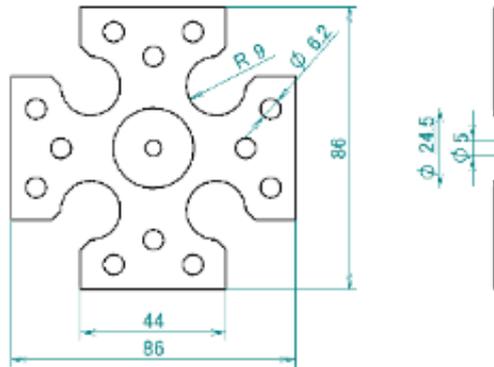


図 3-2.5.7-14 十字型試験片 (2軸疲労試験用)



制御方法：変位制御
 最大/最小荷重：±50kN (引張・圧縮)
 アクチュエータ：電気油圧サーボ式
 センサ：ロードセル(鉛直×2、水平×2)
 LVDT(鉛直×2、水平×2)
 伸び計(鉛直、水平)
 制御ソフト：Visual Basic

図 3-2.5.7-15 試験装置外観 (2軸疲労試験)

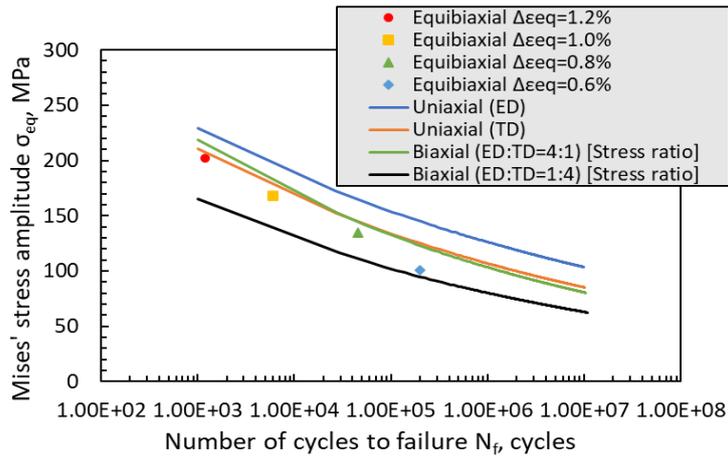


図 3-2.5.7-16 AX41 の疲労強度

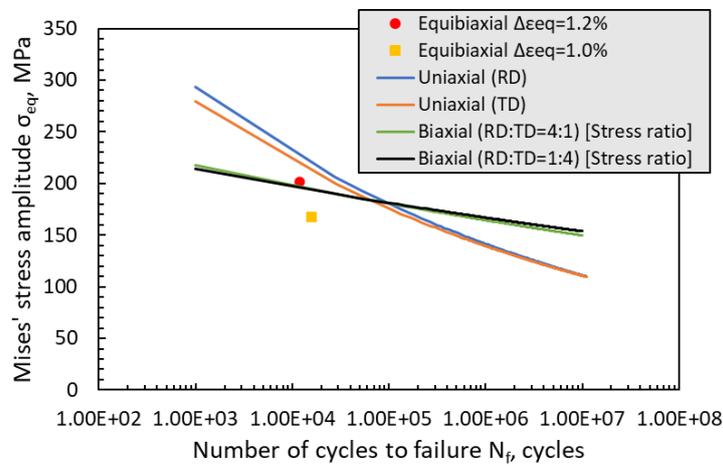


図 3-2.5.7-17 AX81G の疲労強度

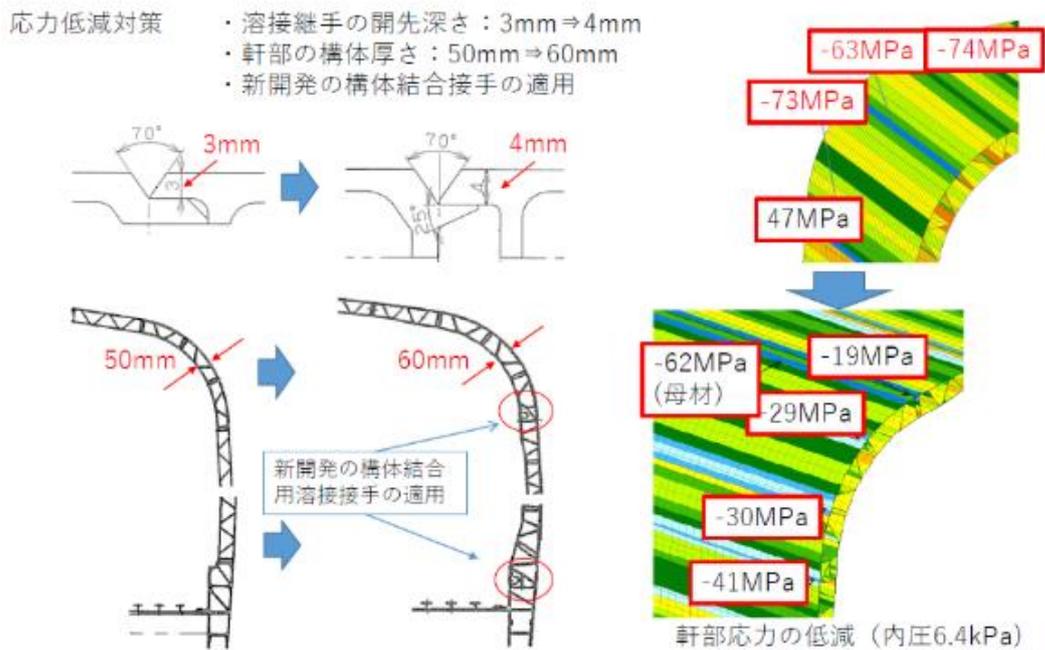


図 3-2.5.7-18 構体構造の改設計



図 3-2.5.7-19 模擬構体による気密荷重試験

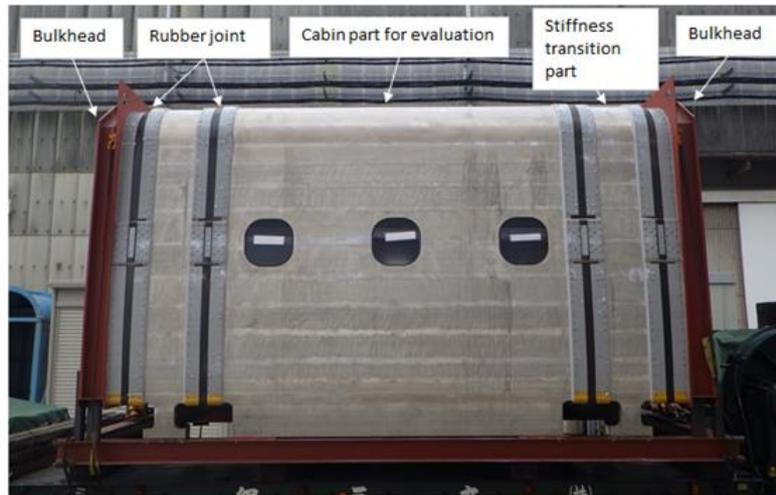


図 3-2.5.7-20 気密疲労試験構体

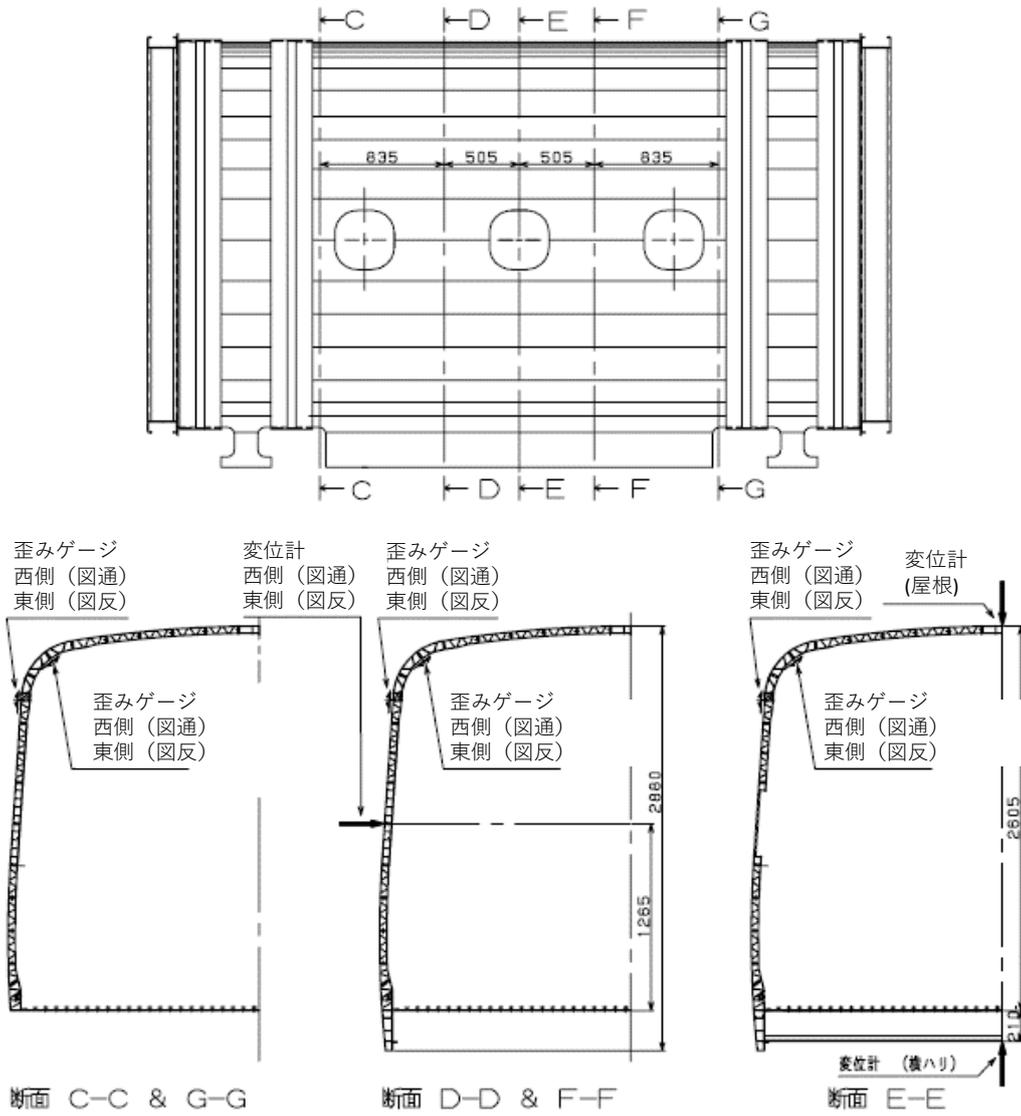


図 3-2.5.7-21 静荷重試験におけるゲージ配置図

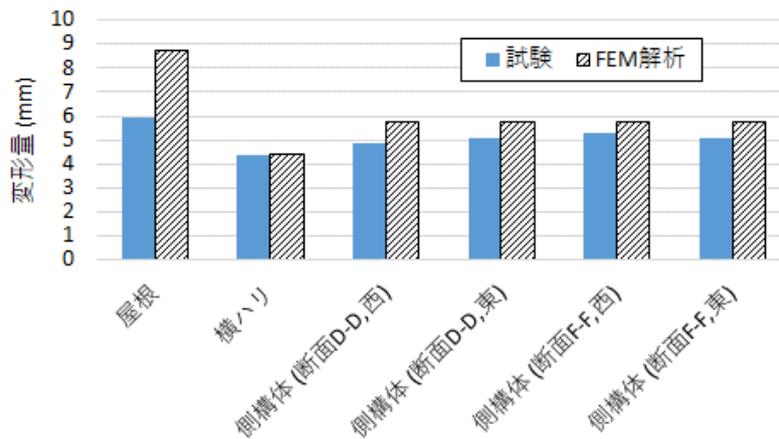
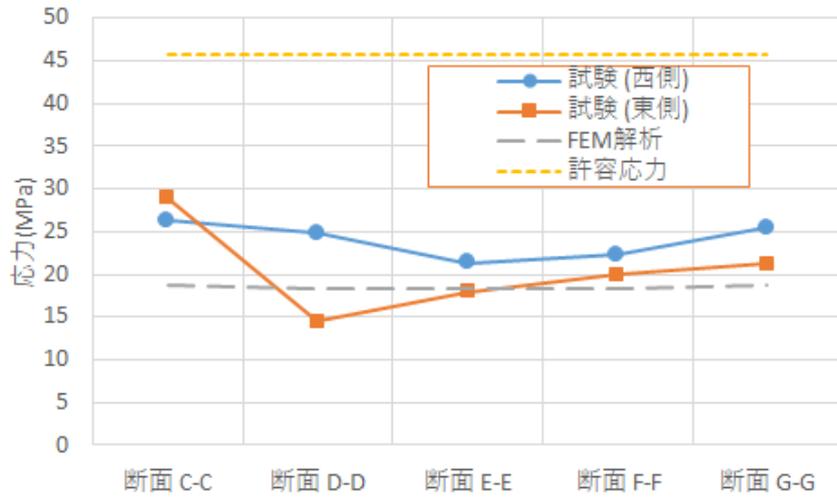
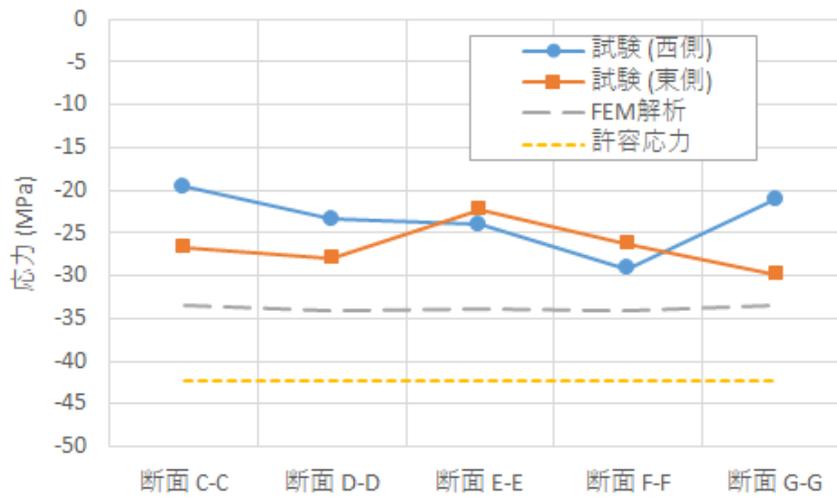


図 3-2.5.7-22 静荷重試験における変形量



(a)内面側



(b)外面側

図 3-2.5.7-23 軒部の溶接接手における応力測定値と FEM 解析結果の比較

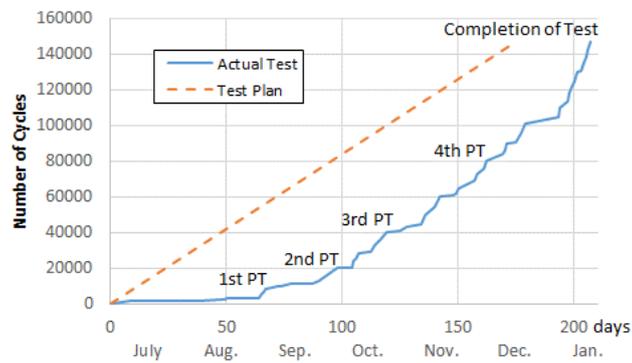


図 3-2.5.7-24 気密疲労試験の荷重繰返し数の履歴

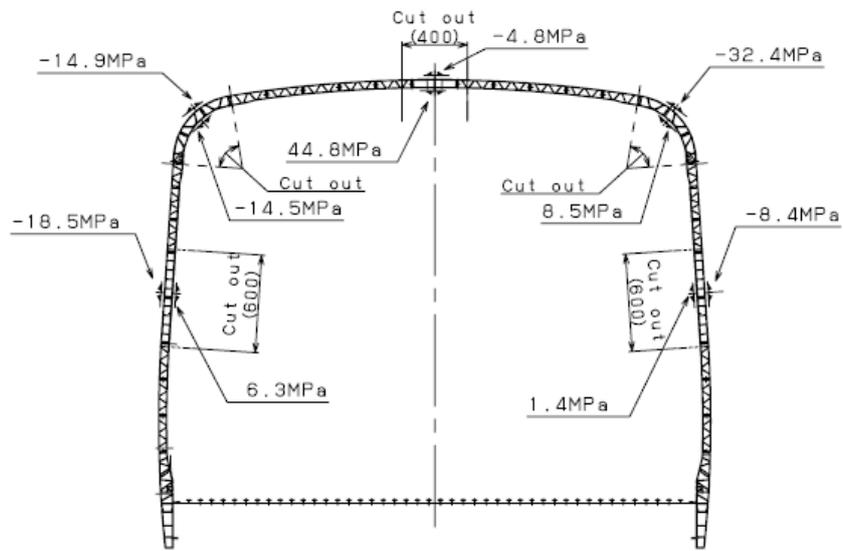


図 3-2.5.7-25 残留応力の測定結果

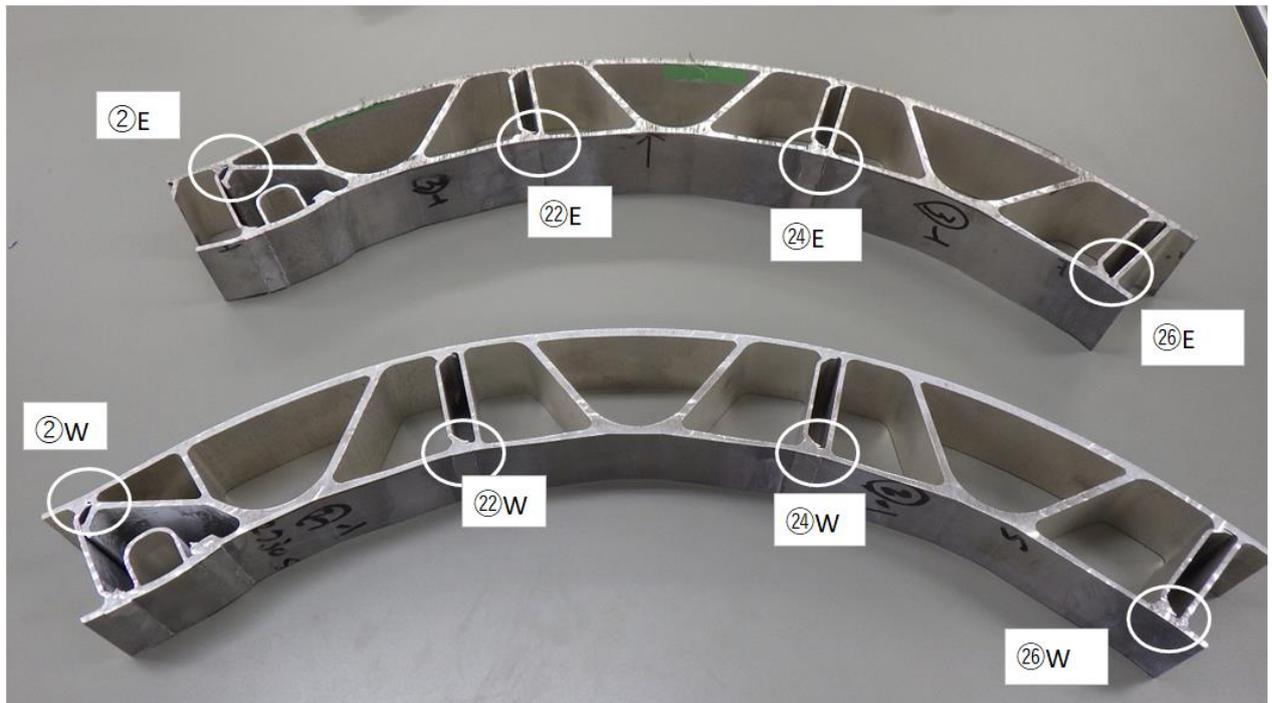


図 3-2.5.7-26 軒部の溶接部溶け込み確認部位 (E、Wは構体疲労試験時の東側、西側を示す。)



切断位置及び観察方向

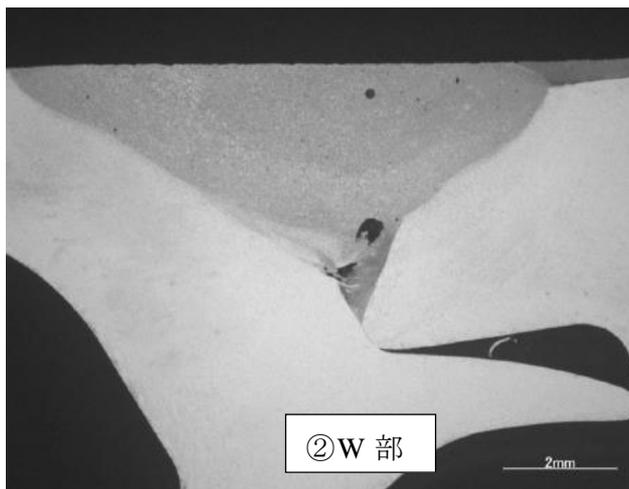


図 3-2.5.7-27 軒部（西側）の溶接部の融合不良

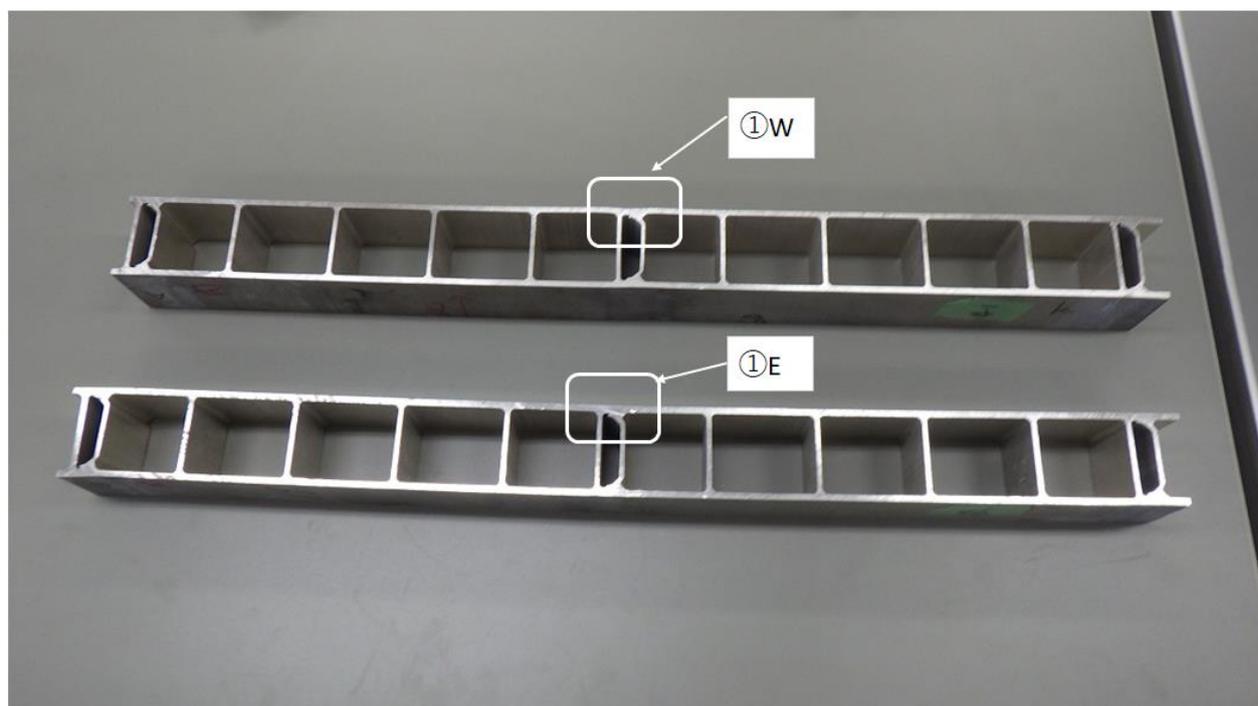


図 3-2.5.7-28 吹寄せ部の溶接部溶け込み確認部位（E、Wは構体疲労試験時の東側、西側を示す。）

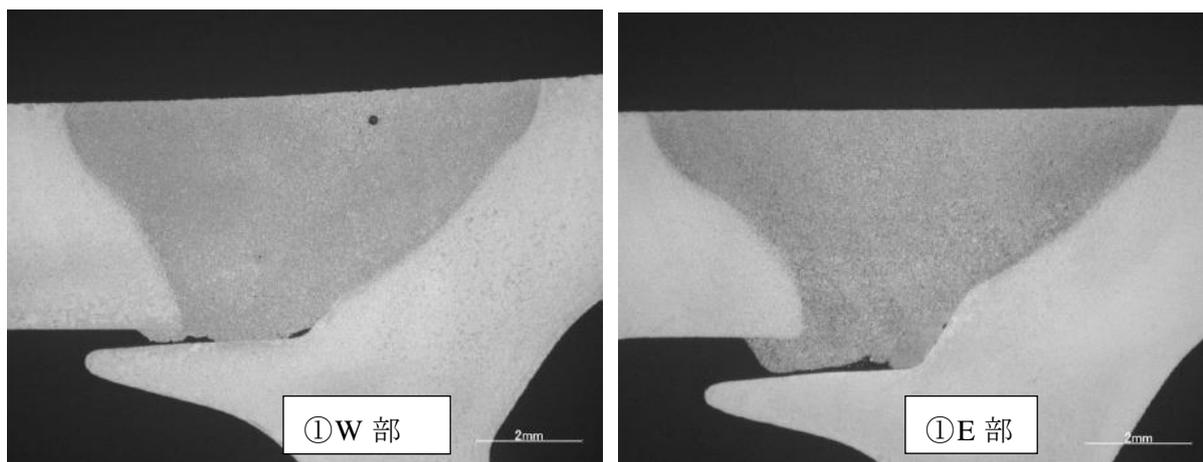
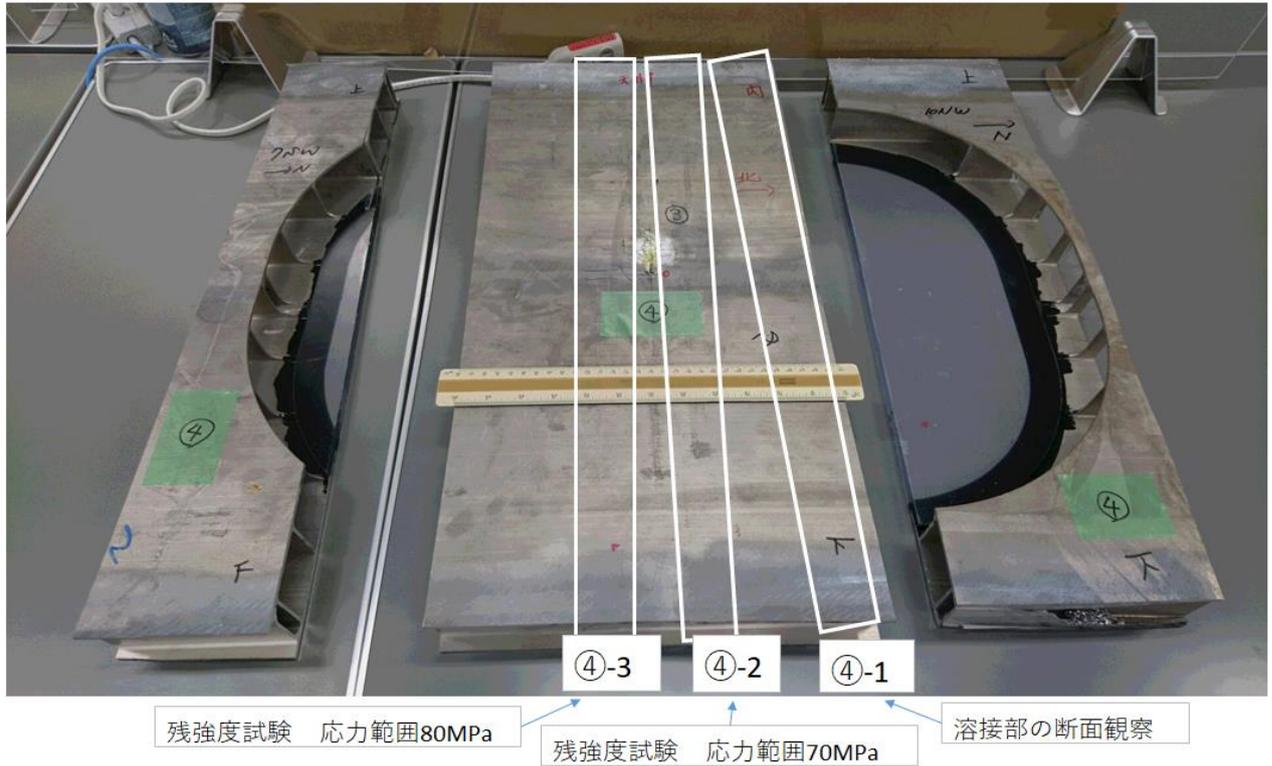
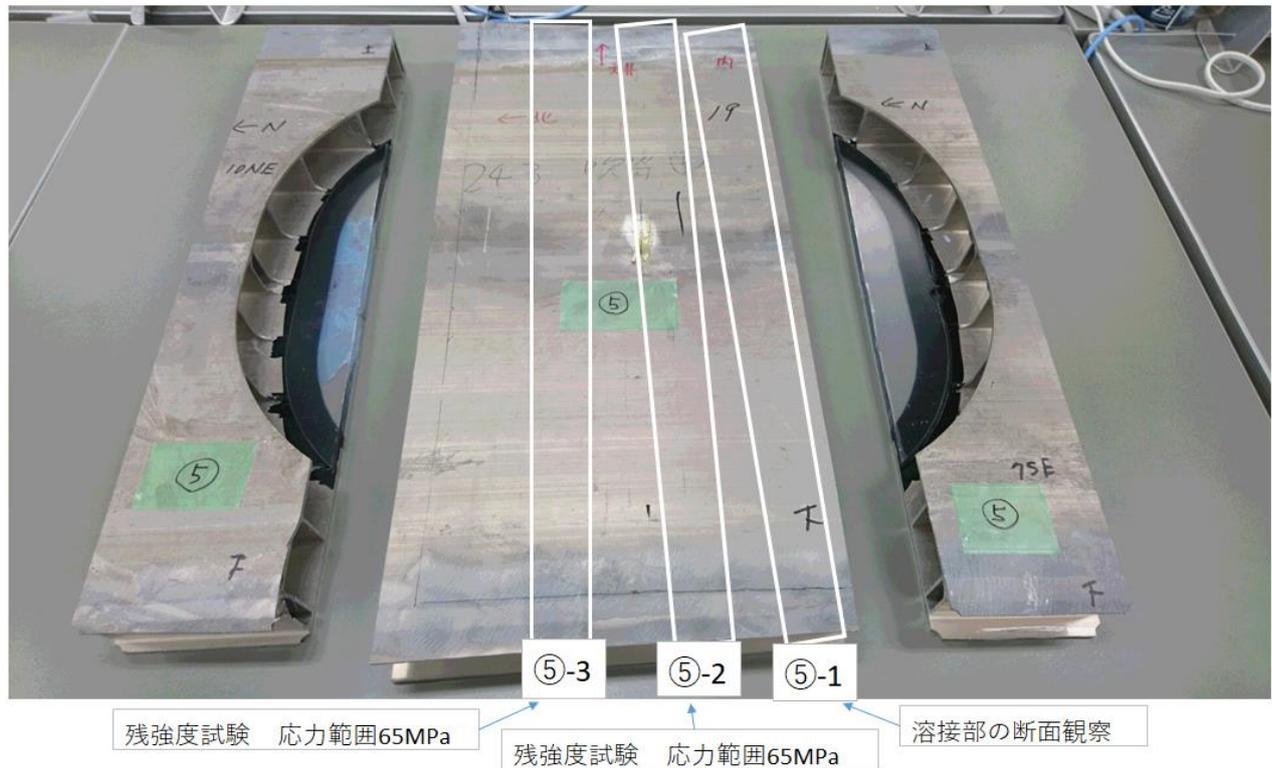


図 3-2.5.7-29 吹寄せ部の溶接部の断面マクロ様相



(a)西側の吹寄せ部からの試験体の採取



(b)東側の吹寄せ部からの試験体の採取

図 3-2.5.7-30 気密疲労試験構体の吹寄せ部の切出し材

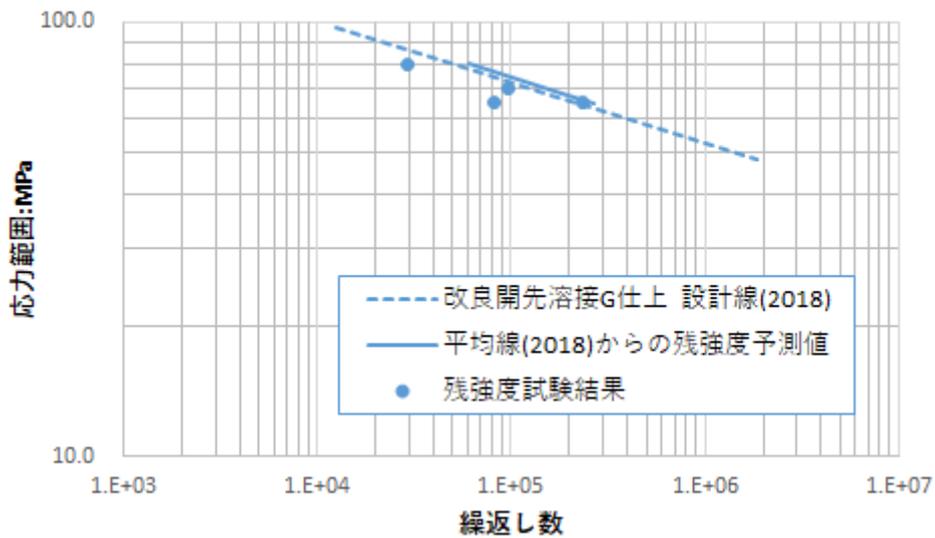
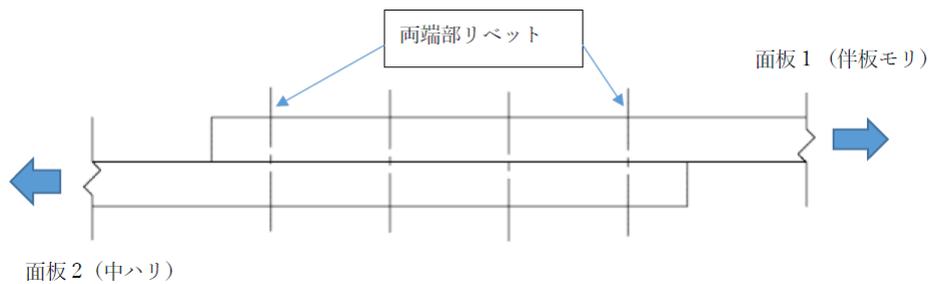


図 3-2.5.7-31 残強度試験結果



$$R = \frac{L \times \left\{ 3 \times C + \frac{1 + \frac{E_2}{E_1}}{A \times E_2} \times L \right\}}{A \times E_2 \times \left\{ \frac{\left(1 + \frac{E_2}{E_1}\right)^2 \times L^2}{(A \times E_2)^2} + 4 \times C \times \frac{1 + \frac{E_2}{E_1}}{A \times E_2} \times L + 2 \times C^2 \right\}}$$

E_1 : 面板1 (伴板モリ) のヤング率=206GPa

E_2 : 面板2 (中ハリ) のヤング率=44~206GPa

A : 面板の断面積 = 9 mm × 80mm = 720mm²

L : リベット間距離=40mm

C : ファスナ定数 (各リベット位置における面板の穴間のずれと荷重の関係の比例定数)

図 3-2.5.7-32 4列リベット継手の端部リベットの荷重分担率

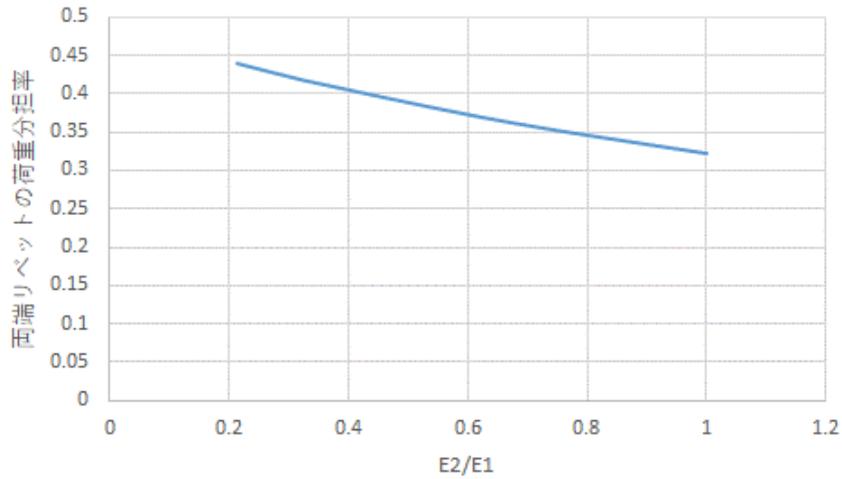
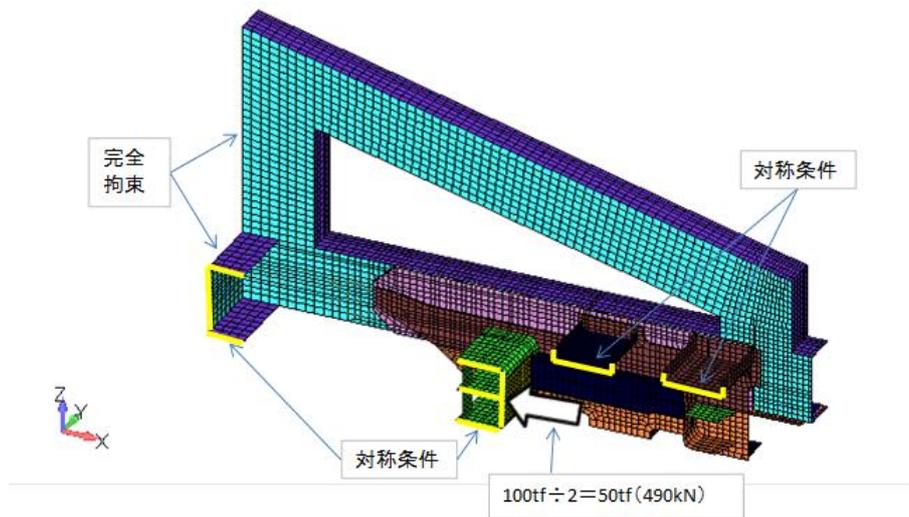
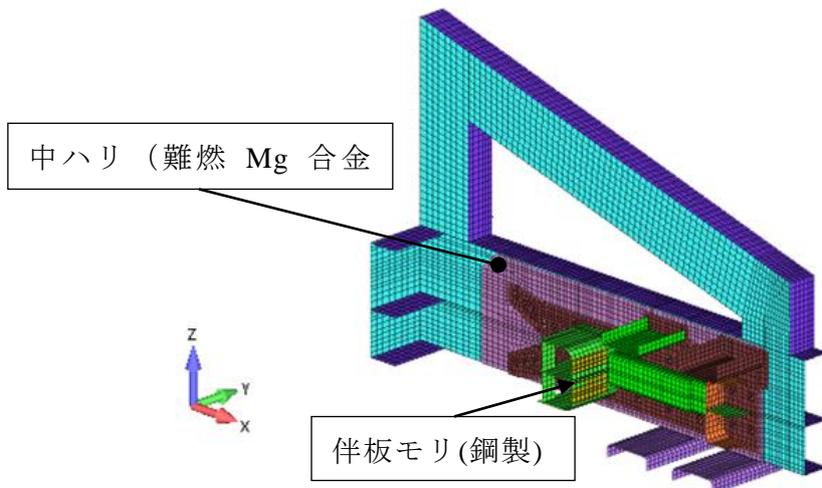


図 3-2.5.7-33 面板のヤング率の比と両端部リベットの荷重分担率の関係の計算例

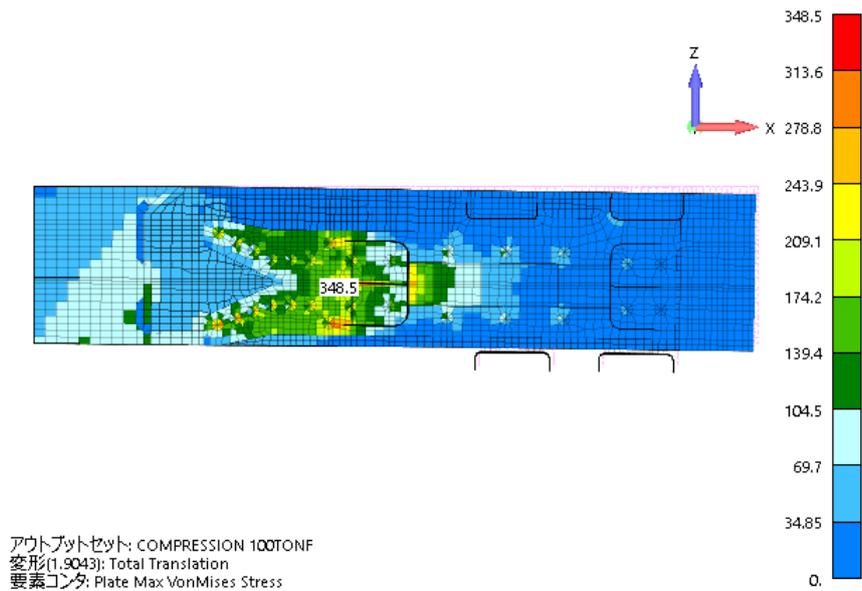


(a)従来構造の解析モデルと境界条件（半幅モデル）

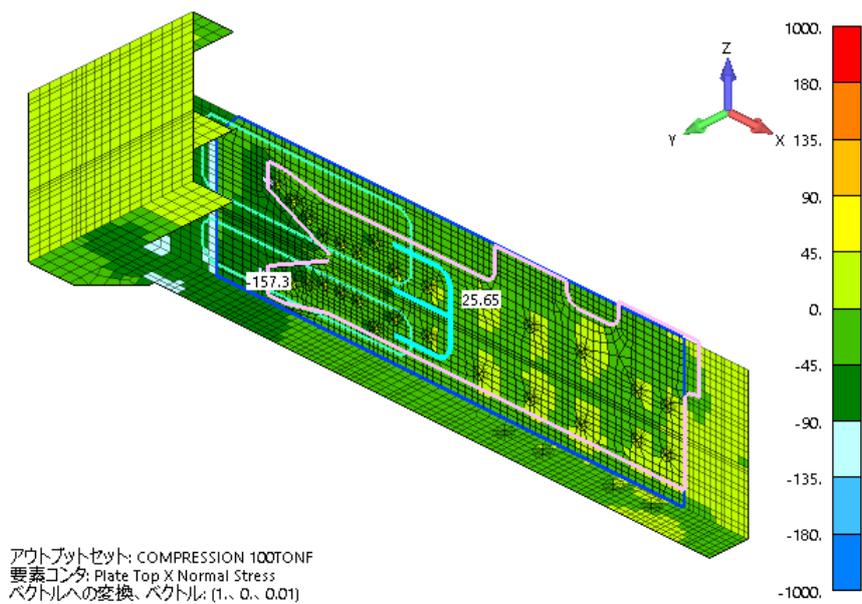


(b)改良構造案（中ハリを上下に拡大し左右上下対称構造）

図 3-2.5.7-34 連結器取付構造試験体



(a) 伴板モリの応力分布



(b) 中ハリの応力分布

図 3-2.5.7-35 改良構造案の解析結果

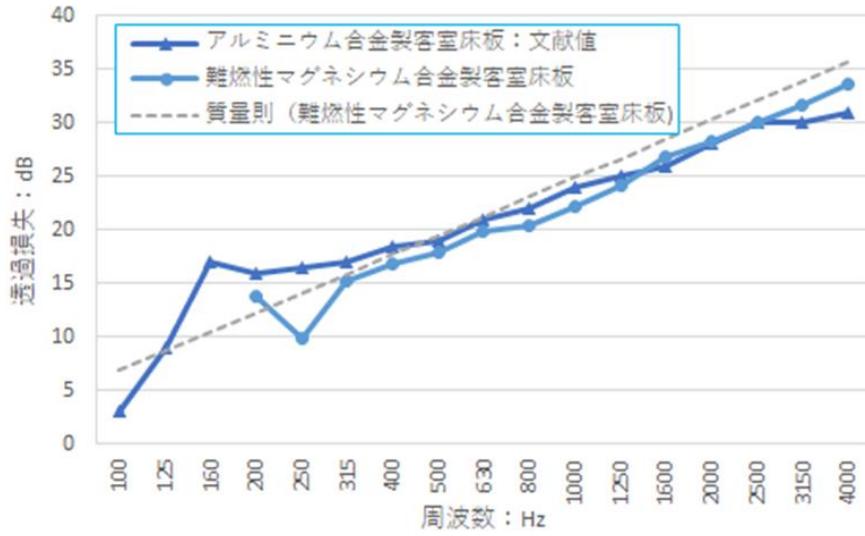
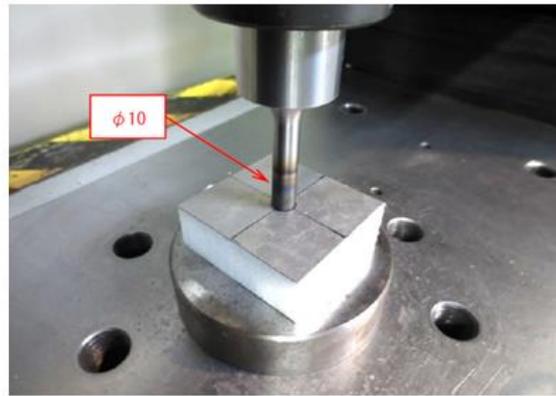


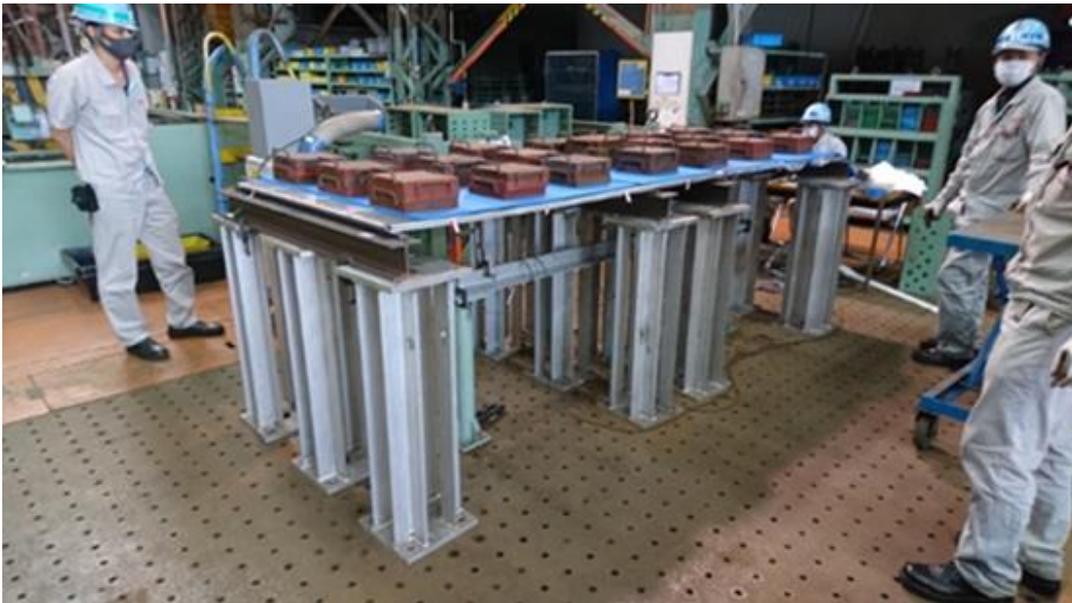
図 3-2.5.7-36 透過損失特性の測定結果



(a)残圧痕試験



(b)ハイヒール陥没試験



(c)床面荷重試験

図 3-2.5.7-37 各種の強度試験



図 3-2.5.7-38 実車両に適用された難燃性 Mg 合金製客室床
(幅 3m、長さ 9m)

①-7 難燃性 Mg 合金の腐食データベースの作成、及び難燃性 Mg 合金製車両構体の表面処理仕様の確立【大日本塗料】

<既存難燃性マグネシウム合金及び新規開発合金の母材耐食性評価(暴露試験)>

既存マグネシウム合金と共に、2016 年度に開発された新規マグネシウム合金 (AX41・AX81S・AX81G・AX92) につき母材の屋外暴露を懸架し、その腐食特性の解析を実施してきた。テーマ 35 においては、既存マグネシウム合金の 5 年暴露を終了し解析すると共に、新規開発マグネシウム合金は 3 年暴露を終了し、その傾向解析を実施した。(2020 年以降は、テーマ 60 の中で、この後の新規開発合金の 5 年暴露品につき最終評価データ化した)。

暴露は、沖縄 (宮古島) 千葉 (銚子) の 2 拠点、懸架方法は、『直接暴露』、雨水に直接雨風が当たらぬ『遮蔽暴露』の 2 方式で実施した。解析は、暴露済テストピースに対し腐食生成物をクロム酸水溶液にて除去後に、1) 腐食減量 (重量変化)、2) 最大孔食深さ測定 (レーザー 3 次元測定器 (VR-5000:KEYENCE 社製による腐食深度)) を実施した。併せて、ICP 発光分光分析法にて組成分析を行い、暴露結果との相関に関し検証も実施した。

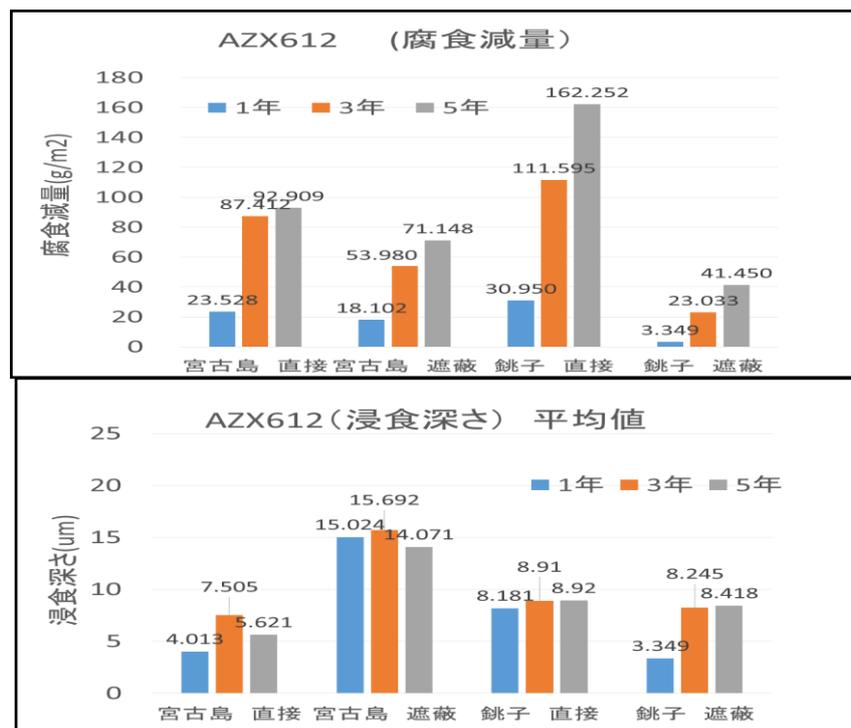


図 3-2.5.7-39 既存難燃性マグネシウム合金(AZX612)の腐食減量並びに浸食深さ

テーマ 19 で先行した腐食特性解析を裏付ける様に、実暴露における腐食状態は、上図 (図 3-2.5.7-39) に示す様に、1) 腐食減量は直接暴露が大きく、2) 腐食深さは、遮蔽暴露が大きい傾向が確認された。直接暴露では風雨により腐食生成物(水溶性マグネシウムに変化)が洗い落とされ随時新たな面での腐食が進行する傾向があった。

一方で、遮蔽暴露では結露の影響で浸食が発生すると考えられる。結露による浸食では、腐食による母材の部分的な表面自由エネルギーの増加 (濡れ性アップ) により、

局部的に腐食が深く進むことが確認された。(図 3-2.5.7-40)

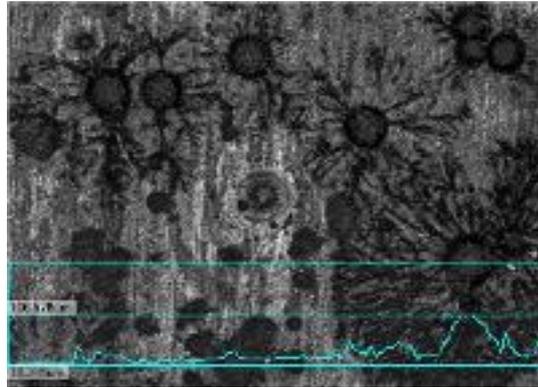


図 3-2.5.7-40 遮蔽暴露での結露腐食（孔食）

雨水であれ結露であれ、電解質(水分)の影響は露地・暴露方式で異なり、その挙動は異なるものとなった。なお 2020 年度までに評価した 3 年暴露終了の新規開発マグネシウム合金でもその傾向はほぼ同じであった。特筆すべきは、ICP での組成分析と照らし合わせると、実暴露に関しても腐食減量に関しては、添加元素中の Al 濃度と腐食減量の関係は、一層顕著となっていた。(2022 年度の 5 年暴露にて確認：テーマ 60)。また Ca 濃度が高いほど腐食減量は大きくなった。暴露方式の差異は遮蔽暴露がやや少ない傾向にあるが、その中でも Ca 濃度の影響は顕著となっていた。(図 3-2.5.7-41～図 3-2.5.7-44 参照。)

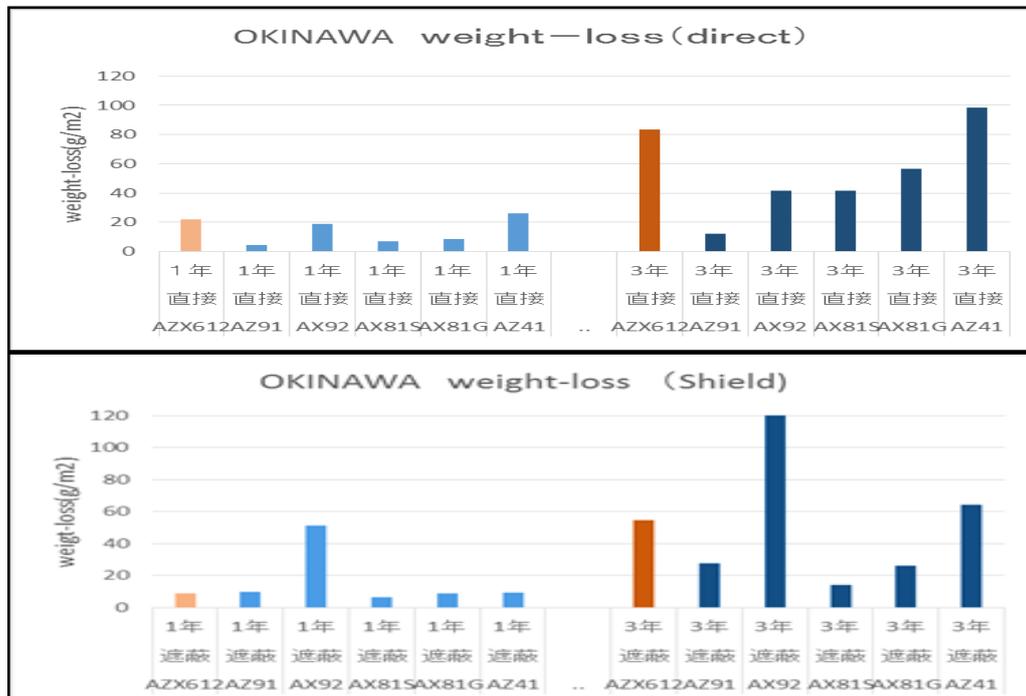


図 3-2.5.7-41 腐食減量の評価；(沖縄) 上図：直接暴露、下図：遮蔽暴露



図 3-2.5.7-42 腐食減量の評価（銚子）上図：直接暴露、下図：遮蔽暴露

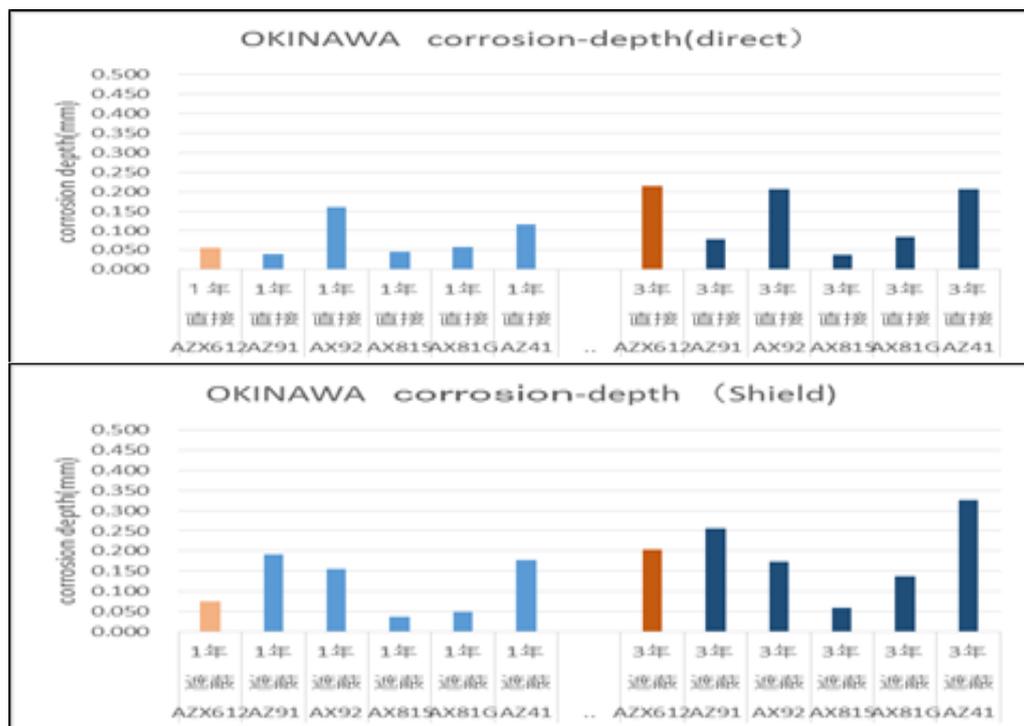


図 3-2.5.7-43 最大孔食深さの評価（沖縄）上図：直接暴露、下図：遮蔽暴露

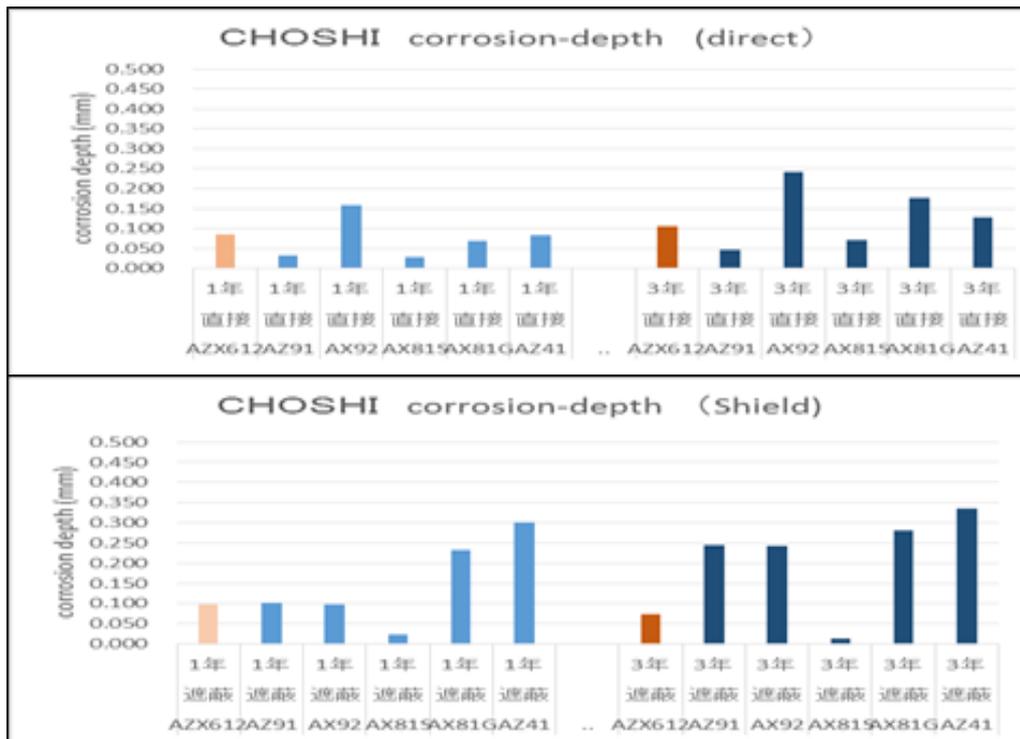


図 3-2.5.7-44 最大孔食深さの評価（銚子）上図：直接暴露、下図：遮蔽暴露

①-8 難燃性マグネシウム合金製車両構体に必要な化成処理施工技術の開発【大日本塗料、再委託先ミリオン化学】

プロジェクトで開発した化成処理技術（大型車両に対する新規開発のスプレー式の化成処理）に関して、2019 年度、横浜金沢分室で作成した 1/1 気密疲労試験構体の作成に適用した。具体的には、気密疲労構体の評価部と剛性調整部の接続部分に化成処理を適用し、問題なく施工できることを確認した（図 3-2.5.7-45）。塗装(意匠付与)工程については、気密疲労試験後に、構体素地の欠陥評価を行う都合上、本構体への適用は除外した。



図 3-2.5.7-45 構体結合部に施工したシャワー式化成処理の外観

①-9 難燃性マグネシウム合金及び合金上に作製した皮膜の耐食性評価と耐食メカニズムの解明【大日本塗料、再委託先：芝浦工業大学】

プロジェクトで開発した化成処理技術（大型車両に対する新規開発のスプレー式の化成処理）は、従来の化成処理溶液を一部配合変更させることで耐食性を改善した。2019年度は、上記化成処理技術を対象として、XPS、SEM-EDS等の評価技術を駆使して、化成処理皮膜の構造評価解析を実施した。その結果、化成処理液中に含有した特定元素がマグネシウム化合物として表面処理皮膜に存在することや、これらが化成皮膜の形成を安定化させ、且つ、防錆目的で加えたリンの塗膜内の分散状態も、化成処理膜の緻密化や防錆顔料の偏在抑止となり、防錆性に寄与にしたことが示唆された。

一方、母材の腐食機構に関し、当初に促進試験（塩水浸漬）を基に立てた腐食メカニズムの仮説に対し屋外大気暴露での検証を実施した。暴露終了試験片の腐食状態の解析結果を基に促進試験との差異につき比較を実施した。屋外大気暴露では直接暴露・遮蔽暴露では腐食量はもとより目視での腐食形態にも差が認められる。暴露試験片のSEM等では直接暴露と遮蔽暴露とでは腐食部表面状態にも差があり、特にLDH（層状複水酸化物）形成と共に、緩やかな長期反応による針状晶出物が観察され、遮蔽暴露ではより顕著であった。加えてこの腐食生成物は、空気中のCO₂の影響により炭酸化合物の水和物も観察され、促進試験による強制的な腐食に比べ、緩やかな腐食進行と共に晶出物の生成と溶出のサイクルにて腐食が進み、環境条件の影響（空気中の炭酸ガス）や暴露条件（直接と遮蔽）の差異も確認された。よって短期の促進試験は腐食の目安となるものの、一概には腐食進行を語れないことも示唆された（図3-2.5.7-46）。

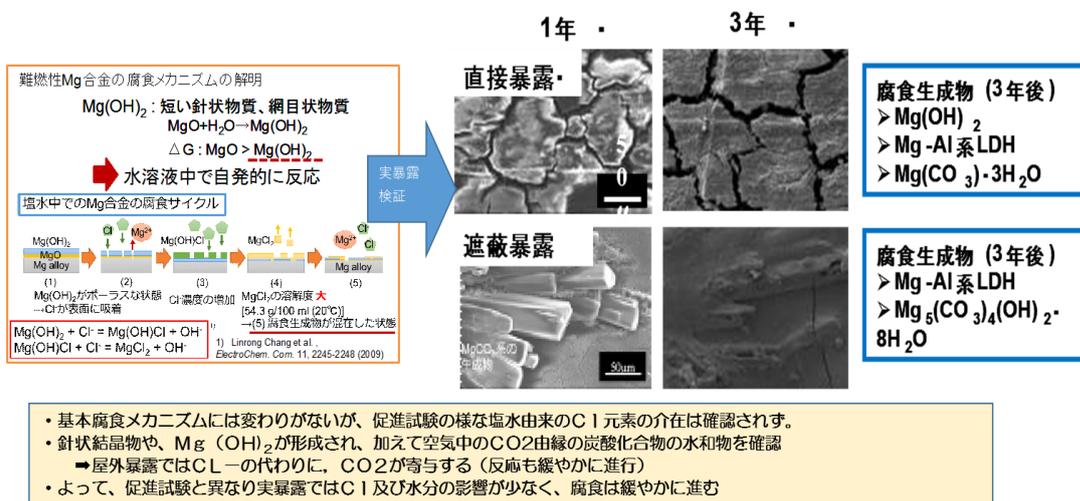


図 3-2.5.7-46 実暴露における腐食メカニズムの検証

② 革新的マグネシウム材の自動車構造部材への適用技術開発

②-1 マグネシウム合金による自動車部品試作、性能評価【トヨタカスタマイジング & ディベロップメント】

マグネシウム開発合金を用いて 1/1 スケールのフロントフードの試作を行うに当たって必要となる 7つの研究項目について研究開発を推進した。以下、各研究項目の成果の概要をそれぞれ記す。

(1) アルミニウム製フロントフードの分解調査 (2019 年度)

マグネシウム開発合金を用いてフロントフードの試作を行うにあたり、実車に搭載されているフロントフードを調査し、部品としての目標特性を明確化する必要がある。そこで、既存輸入車のアルミニウム製フロントフードをベンチマークすることとした。調査は、(i)重量、サイズ、板厚、塗膜厚、ビッカース硬度、引張特性の測定、(ii)材質、表面処理、ミクロ組織、化学成分の調査、(iii)クリンチ接合部、へム部の断面観察、以上 3 点について調査を実施し、調査を通じて、部品としての目標特性を明確化した。

(2) フロントフードのリバーズエンジニアリング (2019 年度)

既存輸入車のフロントフード形状にて試作を行うため、対象部品のリバーズエンジニアリングを行った。フードアウトパネル、フードインナパネル、ストライカ、ヒンジリフォースの 3 次元測定を行い、得られたスキャンデータを使用し、CAD データの作成を完了した。

(3) 開発合金のプレス成形トライ (2019~2020 年度)

フロントフードを模擬した小型形状でのプレス成形試作・ヘミング加工試作を実施した。ここでは、マグネシウム開発合金を用いて、アウターパネルとインナーパネルをプレス成形試作し、その試作品を用いてヘミング加工試作を行った。ヘミング加工はプレスヘミングとローラー加圧ヘミングの 2つの加工方法で検証を実施した。その結果、成形温度 150°C でプレス成形・ヘミング加工ができることが確認できた。図 3-2.5.7-47 にその結果の一例を示す。



図 3-2.5.7-47 製作した小型フロントフード

なお、1/1 フロントフードの試作に当たっては、幅約 300mm の圧延材(4~5 枚)を FSW により接合し、広幅圧延材を作製した上でプレス成形を行う必要がある。一方、FSW により接合した開発合金板材においては、FSW 部に強い底面集合組織が形成され、成形性が低下し、材料が破断してしまう傾向があった。その対策として、FSW

により接合した圧延材を対象として、焼鈍処理により FSW 部の延性を回復することを検討した。具体的には、FSW 部の延性を回復するための適切な焼鈍温度を検討した。そこでは、各種温度にて焼鈍処理を行った上で、アウターパネルとインナーパネルをプレス成形にて試作した。その結果、インナーパネルについては、適切な温度の焼鈍処理を行うことで、FSW 部の割れを抑制できることが明らかとなった。アウターパネルについては、焼鈍処理を行うと、母材のフランジ部において割れが発生することが分かり、焼鈍処理は行わないこととした。さらにその試作品を用いて、ローラー加圧によるヘミング加工試作を実施した。その結果、材料成形温度 150°Cにてプレス成形・ヘミング加工とも試作可能であることが確認できた。

(4) フロントフードの張り剛性試験 (2019~2020 年度)

ベンチマークであるアルミニウム製フロントフードの張り剛性の調査を実施した。また、マスチックシーラのヤング率を予測する為のデータを取得するため、アルミニウム製フロントフードの剛性試験を行った。

そこでは、アルミニウム製フロントフードと同等の性能を得るための開発合金の板厚の選定や、マスチックシーラのヤング率を選定するために、FEM による検証を実施した。その結果、開発合金のアウターの板厚を 1.2 mm、インナーの板厚を 1.0mm、マスチックシーラのヤング率を 765kPa に設定すると、**図 3-2.5.7-48** に示す通り、ベンチマークの結果と近い相関が得られた。

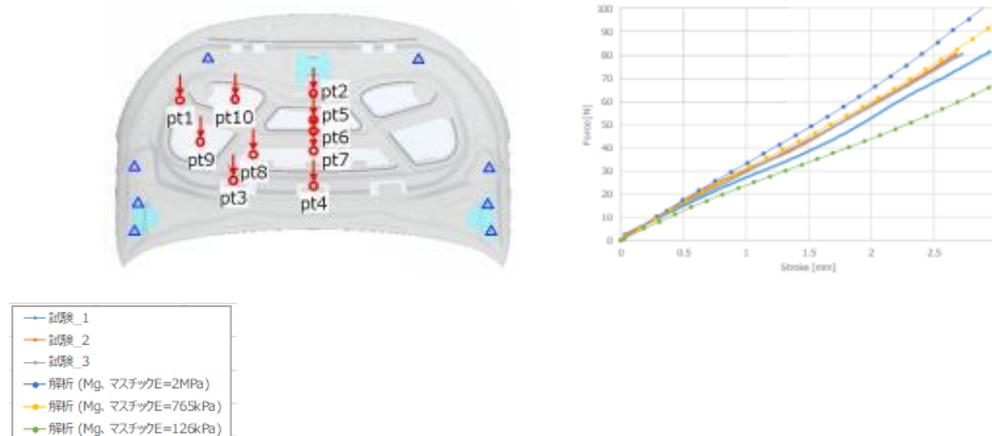


図 3-2.5.7-48 張り剛性実機試験と FEM との荷重-ストローク線図比較 (測定ポイント 3)

(5) ストライカ、ヒンジリフォースの試作 (2020~2021 年度)

マグネシウム開発合金を用いたフロントフードの試作に向けて、構成部品であるストライカ、ヒンジリフォース(右側/左側)の試作を行った。そこでは、ベンチマークであるアルミニウム製フロントフードの構成をリバースエンジニアリングにより設計を行った。その結果、ストライカ、ヒンジリフォースともにプレス成形まで完了し、1/1 フロントフードの試作に利用した。

(6) セルフピアスリベット(SPR)接合性の評価 (2019～2020 年度)

マグネシウム開発合金を用いて 1/1 フロントフードを試作するに当たっては、フードインナパネル（開発 Mg 合金性部品）とストライカ・ヒンジリンフォース（鉄鋼製部品）の異材接合を行う必要がある。ここでは、異材接合の手法として SPR 接合を選定した。そして、SPR 接合を適用するために、SPR 接合した部材の引張せん断試験と十字引張強度（CTS）試験を実施した。その結果、図 3-2.5.7-49、図 3-2.5.7-50 に示す通り、ベンチマークである、アルミニウム製フロントフードに採用しているメカニカルクリンチと、ほぼ同等の性能を有することを確認した。

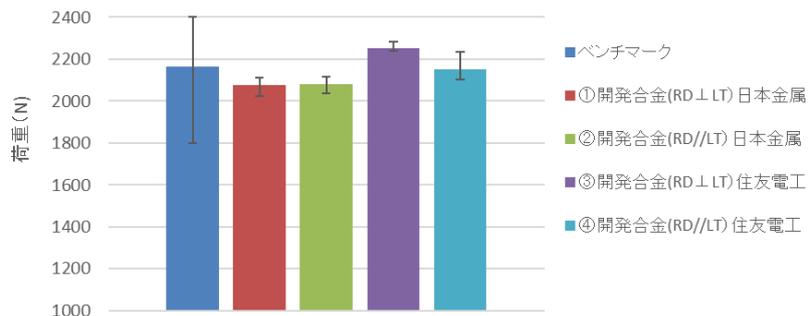


図 3-2.5.7-49 引張せん断試験結果

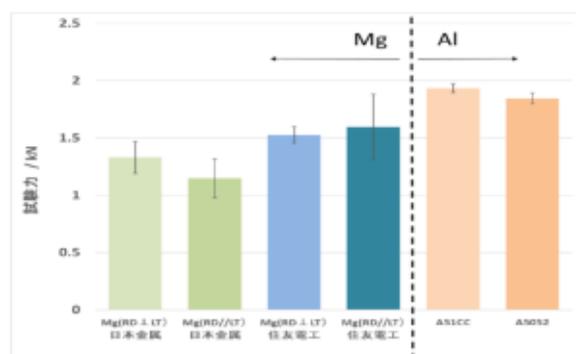


図 3-2.5.7-50 十字引張強度(CTS)試験結果

さらに、ストライカ部分を模した試験体（マグネシウム製インナーパネルの一部に鋼製ストライカ部品を SPR にて締結した試験体）を試作し、その引張圧縮試験を実施した。その結果、アルミニウム製フロントフードと同等の性能を有することを確認した（図 3-2.5.7-51 参照）。

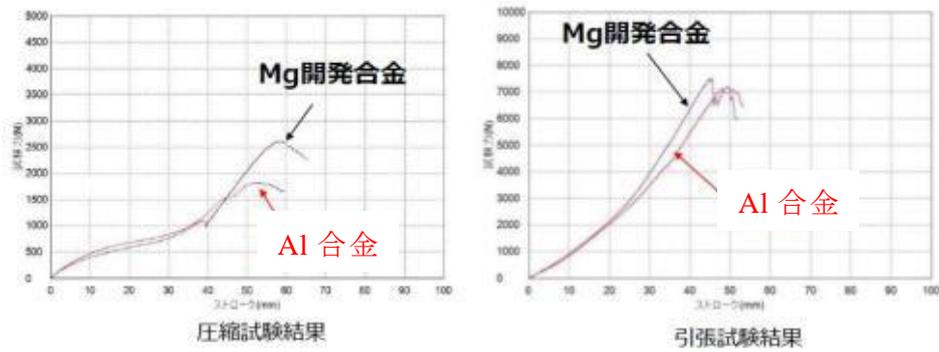


図 3-2.5.7-51 ストライカ試験体の圧縮・引張試験結果

(7) 汎用合金を利用した 1/1 フロントフードの試作(2020～2021 年度)

マグネシウム開発合金を用いたフロントフード試作に向けて、実寸大のプレスを実施する際の問題点抽出を行うことを目的として、汎用マグネシウム合金(AZ31B)を用いて、ベンチマークであるアルミニウム製フロントフードを模擬した 1/1 フロントフードの試作を成形温度 250℃において実施し、プレス成形により所定形状のフードを作製できることを確認した。ここで、AZ31B を用いてアルミニウム製フロントフードを模擬した、実車サイズのアウターパネルおよびインナーパネルをプレス成形した結果を図 3-2.5.7-52 及び図 3-2.5.7-53 に示す。

プレス成形後は、インナーパネルをレーザー加工し、アウターパネル成形品とインナーパネル成形品をアッシー可能な寸法精度が得られていることを確認した (図 3-2.5.7-53 参照)。さらに、アウターパネル成形品とインナーパネル成形品を利用して、ローラヘミング加工を行い、材料温度 250℃において割れのないヘミング加工が可能であることを確認した。



図 3-2.5.7-52 製作したアウターパネル



図 3-2.5.7-53 製作したインナーパネル
(レーザー加工後)

(8) 開発合金を利用した 1/1 フロントフード試作 (2021 年度)

上記の通り、2020 年度までに、汎用マグネシウム合金(AZ31B 合金)を用いて、プレス成形温度 250℃において、1/1 フロントフードを試作可能であることを確認した。その知見を元に、2021 年度は、開発合金を用いて 1/1 フロントフードの試作を推進した。そこでは、住友電工 (株)、日本金属 (株) にて作製した開発合金の広幅圧延

材を用いて、インナーパネル及びアウターパネルの試作を行った。広幅圧延材は、FSWにて幅約300mmの圧延材を複数枚接合することにより作製した、幅1300mm、長さ1900mmの板材を利用した。インナーパネルの作製に際しては、「(3) 開発合金のプレス成形トライ(2019~2020年度)」において導出した、FSW部を軟化させるための焼鈍条件にて、予め圧延材を焼鈍した後に、材料温度150℃にてプレス成形を実施した。表3-2.5.7-7にパネルを試作した際のプレス成形条件を示す。表に示すプレス成形条件を採用することにより、150℃以下の成形温度においてインナーパネルをプレス成形することができた。アウターパネルに関しては、「(3) 開発合金のプレス成形トライ(2019~2020年度)」において、焼鈍を行うと母材部の成形性が劣化することから、焼鈍は実施せずにプレス成形を、表3-2.5.7-7に示す条件で実施した。その結果、材料温度150℃にて成形できることを確認した。プレス成形後のアウターパネルの外観を図3-2.5.7-54に示す。

次に、作製したインナーパネルとアウターパネルを重ね合わせ、「(3) 開発合金のプレス成形トライ(2019~2020年度)」で導出した条件を元に、ローラヘミング加工を実施した。ローラヘミング加工に際しては、実際の1/1フロントフードの試作に即して、ヘミング用の接着剤及びマスチックを利用した。接着剤及びマスチックの選定に当たっては、150℃のローラヘミング加工でも硬化しないものを予め選定した上で利用した。表3-2.5.7-8にヘミング加工条件を示す。表3-2.5.7-8に示す条件を採用することにより、ローラヘミング加工に関しても、材料温度150℃以下で加工できることを確認した。ローラヘミング加工後の1/1フロントフードの外観を図3-2.5.7-55及び図3-2.5.7-56に示す。

以上の結果より、開発合金を用いて、1/1フロントフードをプレス成形温度150℃以下で試作可能であることを実証した。1/1フロントフード作製後に、その電着塗装トライを実施したが、その結果については、「②-2 マグネシウム合金-アルミニウム合金の同時化成処理技術の開発【日本パーカライズング(株)】」に記載したので参照されたい。

表 3-2.5.7-7 アウターパネル、インナーパネルプレス試作条件と結果

成形		材料	成形条件			結果 (母材)
			材料温度 (°C)	プレス速度 (mm/s)	保持時間 (min)	
アウター	ドロ	Mg開発合金 t=1.2mm	145	0.1	5	○
	フランジアップ		130	0.1	5	○
インナー		Mg開発合金 t=1.0mm	125	0.1	5	○

表 3-2.5.7-8 ローラー加圧ヘミング条件と結果

部材		ヒンジ ストライカ	ヘミング条件				結果 (一般部)
アウターパネル	インナーパネル		材料ねらい温度	ローラー速度	接着材	マスチック	
Mg開発合金 t=1.2mm	Mg開発合金 t=1.0mm	有	150℃	30mm/s	○	○	○



図 3-2.5.7-54 開発合金による 1/1 アウターパネルプレス成形品



図 3-2.5.7-55 ローラヘミング加工後のフードアッシー成形品（アウター側）



図 3-2.5.7-56 ローラヘミング加工後のフードアッシー成形品（インナー側）

(9) フロントフードの頭部歩行者保護試験（2021年度）

試作した開発合金による 1/1 フロントフードの性能試験の一つとして、頭部歩行者保護性能試験を実施した。試験に当たっては、ベンチマークであるアルミニウム製フロントフードと、「(7) 汎用合金を利用した 1/1 フロントフードの試作」で試

作した、AZ31B 合金による 1/1 フロントフードも試験に供した。AZ31B 合金による 1/1 フロントフードを比較材としたのは、FSW 部の有無が性能に及ぼす影響を確認するためである。図 3-2.5.7-57 に開発合金により試作したフロントフードの頭部歩行者保護性能試験時（鉄球がフロントフードに衝突した際）の状況を示す。

図 3-2.5.7-58 は、試験後のフロントフードの外観をまとめた結果である。それぞれの変形状態を観察すると、アルミニウム製のフードは鉄球の衝突部が凹んで、塑性変形が起きているのに対し、AZ31B と開発合金によるフロントフードには塑性変形は確認できず、ほぼ元の形状に戻っていた。表 3-2.5.7-9 に試験により得られた頭部傷害値（HIC 値）をまとめて示す。表 3-2.5.7-9 によると、アルミニウム製フードと比較して、AZ31B および開発合金製のマグネシウムフードの方が低い HIC 値を示した。図 3-2.5.7-59 は、頭部歩行者保護試験時の鉄球の加速度-時間グラフをまとめた結果である。図 3-2.5.7-59 を確認すると、初期の最大加速度は 90G 前後であり、アルミニウム製フードとマグネシウム製フードで大きな差は無いが、マグネシウム製フードは、AZ31B 及び開発合金ともに、ピーク後に G が低下しており、HIC 値が低くなる原因の一つであることが確認された。

以上の試験結果より、開発合金により試作製した 1/1 フロントフードの性能試験の一つとして、頭部歩行者保護性能試験を実施し、アルミニウム製フードと比較して低い HIC 値が得られることを確認することができた。なお、本試験を行うに当たっては、頭部歩行者保護性能試験のシミュレーションを事前に行っており、その結果について、「③-6 高成形性マグネシウム材（薄板）の開発【伊丹分室：住友電気工業】」を参照されたい。



図 3-2.5.7-57 頭部歩行者保護性能試験時の開発合金によるフロントフードの状況

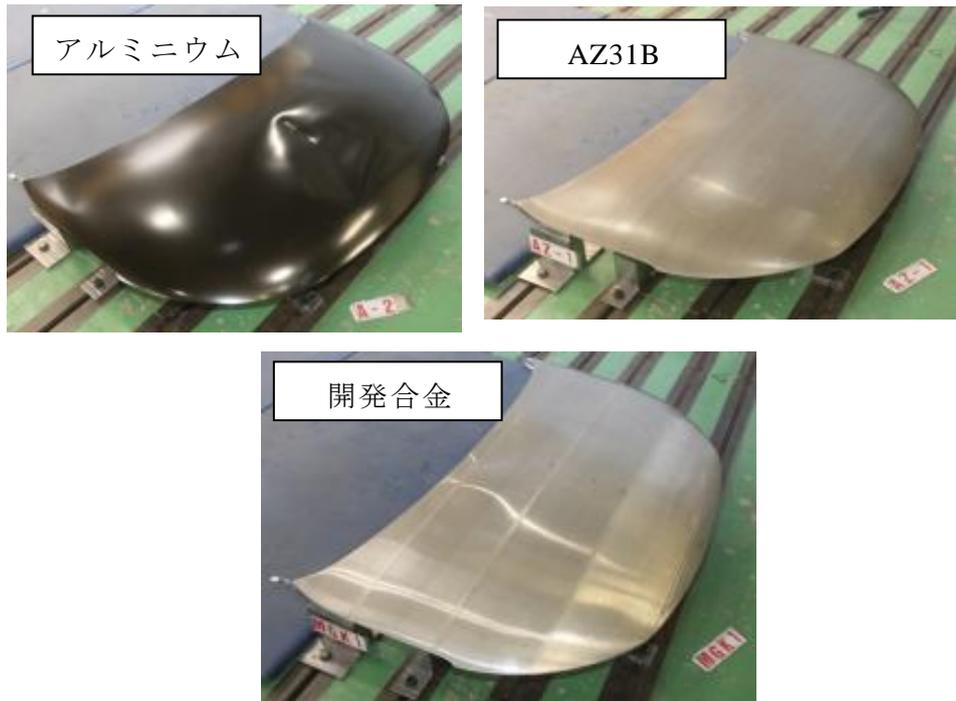


図 3-2.5.7-58 頭部歩行者保護性能試験後のフロントフードの外観

表 3-2.5.7-9 HIC 値一覧

仕様	試験ID	HIC値	HIC平均
アルミニウム	A-2	571.0	572.9
	A-3	574.2	
	A-4	573.4	
AZ31B	AZ-1	422.2	424.7
	AZ-2	427.2	
Mg開発合金	MGK-1	365.7	382.4
	MGK-2	399.0	

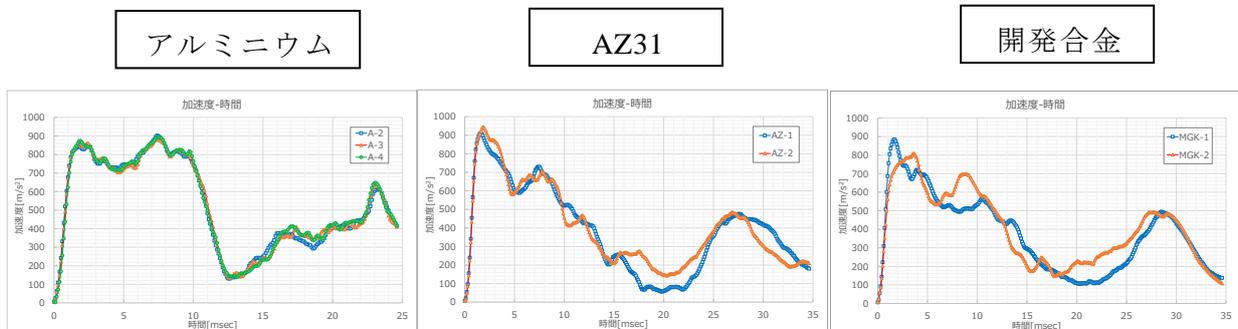


図 3-2.5.7-59 加速度-時間グラフ

②-2 マグネシウム合金-アルミニウム合金の同時化成処理技術の開発【日本パーカライジング(株)】

(2019～2022 年度)

研究開発の内容及び成果等

マグネシウム合金板材を自動車部品に適用する際には、既存自動車構成材料と同時に化成処理がなされるため、鉄鋼材料、亜鉛めっき鋼板、アルミニウム合金などの金属材種と同時に化成処理することが求められる。マグネシウム合金材料単体を化成処理する技術はいくつか提案されているが、異種材料と同時処理する技術は提案されていないのが現状である。このことから、まずはマグネシウム合金とアルミニウム合金との同時化成処理技術を確立し、その後、亜鉛めっき鋼板や鉄鋼材料との同時処理技術を確立することを目標とした。

②-2-1. 自動車向け汎用化成処理技術の適用

本検討は革新マグネシウム材を自動車に適用するものであることから、自動車ラインで 2019 年度現在採用されている化成処理剤 2 種を検討した。検討した化成処理剤はりん酸亜鉛処理（プレパレン X、パルボンド SX35：日本パーカライジング製）とジルコニウム化成処理（パルシード 2010D：日本パーカライジング製）である。また、化成処理および電着塗装（自動車用カチオン電着塗装：膜厚 15 μ m）を行った後、塩温水浸漬による塗装後耐食性評価を実施した。これらの結果を図 3-2.5.7-60 に示した。

	りん酸亜鉛処理	りん酸亜鉛処理 (Ni,Fe を除いたもの)	ジルコニウム化成 処理
化成皮膜量	皮膜量 1.2g/m ²	皮膜析出せず	Zr 60mg/m ²
塗装後耐食性 SDT240h		実施なし	

図 3-2.5.7-60 化成性と塗装後耐食性（AZ31 材使用）

化成処理性を確認したところ、りん酸亜鉛処理はマグネシウム合金材に析出するものの、塗装後耐食性が大幅に低下した。これは処理液中に含まれるニッケルや鉄が還元析出し、卑なマグネシウム合金材がガルバニック腐食により溶解したものと考えられる。しかし、ニッケルやマンガンなどの重金属を処理液から除くと、化成処理の反応起点がなくなるためか皮膜が析出しなくなってしまうことが分かった。一方、ジルコニウム化成処理はマグネシウム合金材に化成皮膜が適度に析出し、ある程度良好な塗装後耐食性を示した。これより、本検討の趣旨となるマグネシウム合金-アルミニウム合金の同時化成処理検討はジルコニウム系化成処理を中心に実施していくことと

した。

②-2-2. マグネシウム合金組成による影響調査

化成処理は材料の表面状態による影響を受けるため、マグネシウム合金の組成を変動させた際の化成処理性と塗装後耐食性への影響を調査した。マグネシウム合金材はAZ41、AZ51、AZ61、AZ71（伊丹分室より提供）を用い、比較材として合金化溶解亜鉛めっき材(GA)を用いた。評価結果を図 3-2.5.7-61 に示した。何れの材料も良好な結果を示したが、アルミニウム含有量が高いほど、良好な耐食性となった。また、マグネシウム合金材の場合、腐食起点から孔食が進みやすく、材料の穴あきに繋がりがやすい。これらの孔食を防ぐためにもアルミニウム含有量をできるだけ高くし、表面状態を均一化させることや、材料の作り込み時に合金成分の分布をコントロールするなどの技術が求められる。

	AZ41	AZ51	AZ61	AZ71	GA
皮膜量 Zr(mg/m ²)	64.0	49.0	49.4	52.9	60.8
塗装後耐食性 SDT240h					

図 3-2.5.7-61 合金成分中のアルミニウム配合量変動時の電着塗装材料の塩温水浸漬耐食性

マグネシウム合金材およびアルミニウム合金材の同時化成処理として、既に自動車向け表面処理剤として実績があり、かつ、アルミニウム合金にも処理可能であるジルコニウム化成処理を適用することで、マグネシウム材にも皮膜を析出し、一定の塗装後耐食性能を得ることができた。表面の合金成分のうち、特にアルミニウム含有量は化成処理性や塗装後耐食性に影響するものと思われ、革新マグネシウム合金材の適用に際しては、合金成分の最適化が必要となる。

②-2-3. 開発マグネシウム合金材の最適化検討

②-2-2 項でも触れたようにマグネシウム合金材の表面状態が化成処理性や塗装後耐食性に大きく影響することが分かった。平塚分室にて各種材料への化成処理性を評価し、その結果を各材料メーカーにフィードバックしながら、自動車フロントフードとして最適な合金設計にチューニングする材料開発を行ってきた。例えば、成形加工評価において FSW 部などの一部にシワや割れが発生することがあり、成型加工性の向上を狙った開発材の改良が検討された。このように改良開発材については加工性や化

成処理性および耐食性を繰り返し評価することで最適組成を設計していく必要がある。

開発材にジルコニウム化成処理を行った後、化成処理性の評価として XRF による皮膜付着量測定を行った。表 3-2.5.7-10 のように、改良開発材の付着量がやや多く、化成性が同等以上であることが確認できた。さらに、化成処理後に電着塗装(自動車用カチオン電着塗装：膜厚 20 μm)を施し、表 3-2.5.7-11 に示す塗装後耐食性評価を行った。耐食性評価結果を図 3-2.5.7-62、図 3-2.5.7-63 に示した。改良後、塩温水浸漬耐食性はやや良化し、複合サイクル試験耐食性はほぼ同等であった。また、化成処理による材料被覆性を確認するために分極測定を行った。分極測定条件を表 3-2.5.7-12 に、試験結果を図 3-2.5.7-64 に示す。化成処理されたそれぞれの材料の腐食電位は、初期の開発合金材で-1.56V、改良された開発材で-1.53V となっており、材料の改良後も化成処理の被覆性は大きく変わらないことが確認された。これらの結果から、ジルコニウム化成処理により、改良材に対しても良好な化成処理性が得られていることが確認された。塗装後耐食性評価は更に継続して行うべきであるが、現時点における大きな問題はないものとする。

・化成処理条件

ジルコニウム化成処理剤、処理 pH4.0、処理温度 40℃、処理時間 120s、処理条件：10cm/sec 速度で試験片を揺動しながら浸漬処理。化成処理後には市水洗浄を行い、風乾したものを電着塗装した。

・電着塗装条件

自動車用カチオン電着塗料、狙い膜厚 20μm (スロースタート 30 s)、焼き付け条件 180℃×26 分

表 3-2.5.7-10 皮膜付着量測定結果

サンプル	Zr mg/m ²
開発材	57.4
改良開発材	74.8

表 3-2.5.7-11 塗装後耐食性評価

評価方法	詳細
SDT	5% NaCl、50℃、240 時間 クロスカット部の片側最大錆、膨れ幅、テープ剥離幅
CCT(JASO M609)	塩水噴霧(35±1℃、5% NaCl、2 時間)→乾燥(60±1℃、4 時間)→湿潤(50±1℃、95%RH 以上、2 時間)を 1 サイクルとして クロスカット部の片側最大膨れ幅を測定

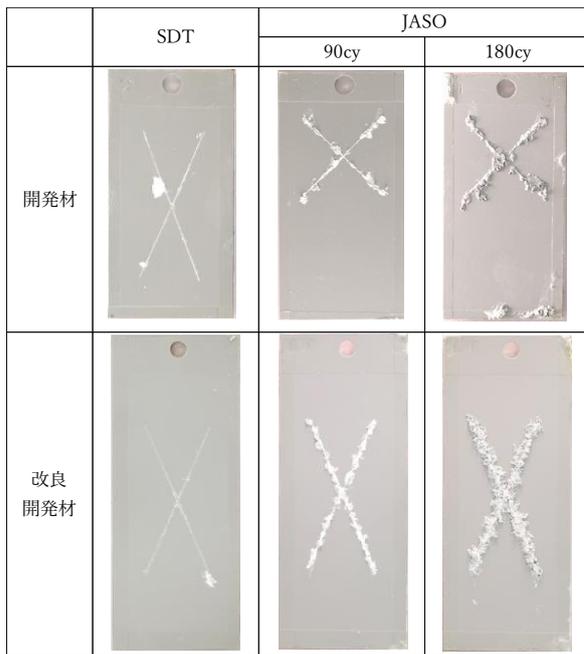


図 3-2.5.7-62 塗装後耐食性評価結果

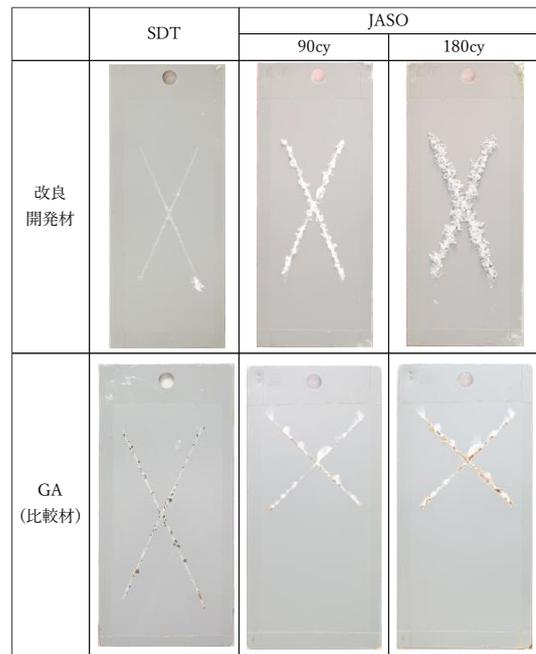


図 3-2.5.7-63 塗装後耐食性評価結果
(GA 材との比較)

表 3-2.5.7-12 分極測定条件

項目	内容
電解液	5wt% NaCl 溶液
対極	Pt 電極
参照電極	飽和 Ag/AgCl 電極
温度	25°C
掃引速度	0.5 mV/s
掃引範囲	自然電位に対し -200 ~ +400 mV

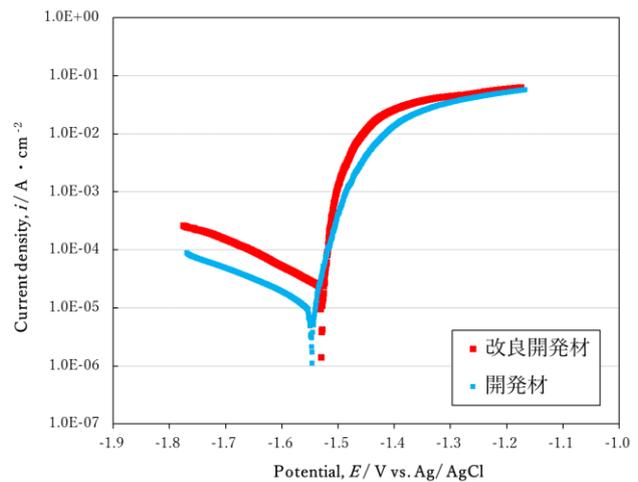


図 3-2.5.7-64 分極測定結果

②-2-4. 鉄鋼材料および亜鉛めっき鋼板との同時化成処理技術

自動車材料にはアルミニウム合金材の他、鉄鋼材料や亜鉛めっき鋼板が多く使用されている。鉄鋼材料や亜鉛めっき鋼板を化成処理することで、化成処理浴中には溶出した鉄イオンや亜鉛イオンが含まれることとなる。鉄や亜鉛はマグネシウムと比べ貴な金属であることから、これらはマグネシウム合金材表面に還元析出し、電位差が大きい場合にはガルバニック腐食の発生などが懸念される。アルミニウム合金材との同時処理が可能となったジルコニウム化成処理剤を用い、その処理液条件を調整することで鉄鋼材料および亜鉛めっき鋼板との同時処理の成立を試みた。図 3-2.5.7-65 に示

した通り、化成処理には最適な処理 pH が存在する。化成処理液は成分が皮膜として沈殿析出する平衡反応を調整しながら取り扱う必要があり、それぞれの処理液成分の組合せによって最適な pH が決定される。りん酸亜鉛処理などの一般的な化成処理液の場合、皮膜析出 pH はほぼ固定されており、例えばりん酸亜鉛処理の場合は pH3.0～3.1 程度となっている。図 3-2.5.7-65 では pH3.8 に水酸化鉄の沈殿 pH が示されているが、化成浴中に鉄イオンが存在する場合、この pH 以上になると水酸化鉄として沈殿を形成することを意味している。つまり、pH3.8 以下では鉄イオンが化成溶液中に存在し得るため、鉄より卑なマグネシウム合金材を処理液に浸漬した際には浴中に存在した鉄イオンによって鉄が還元析出し、図 3-2.5.7-60 のようにガルバニック腐食の影響を与え得ることとなる。水酸化鉄の沈殿 pH を超過しているジルコニウム化成処理は pH4.0 程度で処理を行ってきたが、水酸化鉄の沈殿 pH とやや近く、更に高い pH での処理を実現することで鉄の還元析出対策を行うこととした。ジルコニウム化成処理剤は、処理浴組成の配合バランスを適正化することで、このように処理 pH を若干変動させることが可能となる。また、化成浴中には亜鉛イオンも多く含まれることとなるため、同様に処理 pH を変更した際のマグネシウム合金材への析出挙動を確認することとした。これらの対策により、鉄鋼材料および亜鉛めっき鋼板との同時処理性を確立したジルコニウム化成処理剤の最適条件を設定できることを試験片レベルで確認した。

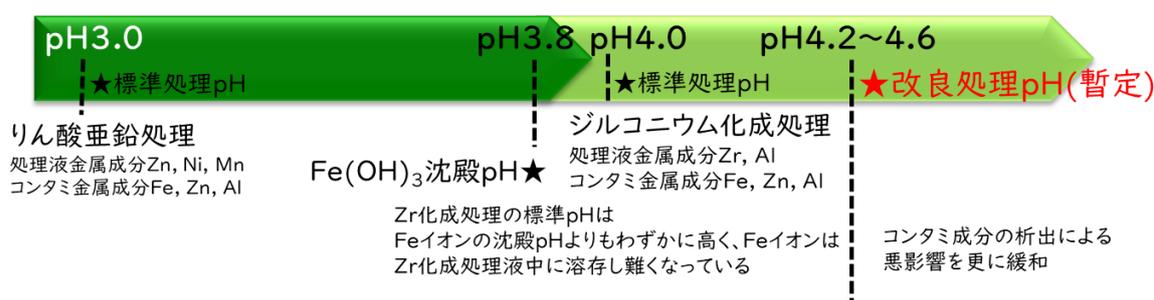


図 3-2.5.7-65 化成処理液の pH と各金属成分の析出挙動

②-2-5. 1/1 スケールフロントフードへの化成処理性評価

1/1 スケールフロントフードの化成処理および電着塗装を実施した。化成処理では、日本金属(板橋分室)より提供いただいた開発材向けに改良したジルコニウム化成処理を用いた。処理の様子を図 3-2.5.7-66 に示す。図 3-2.5.7-66 のように、フロントフードをホイストで吊り上げて、大型処理槽に浸漬し、化成処理を実施した。吊り上げたフロントフードの上部と下部において化成処理性が変わらないことを確認するために、開発材試験片をフロントフードの上部・下部に取り付け、XRF による皮膜付着量測定を行った。表 3-2.5.7-13 に示すように、大型ワークのどの部位においても Zr 付着量にほぼ差異はないことを確認した。

電着塗装（関西ペイントにて外注塗装）はカチオン系電着塗料を用い、アウター・インナーが組み立てられた状態で化成処理を行った後に塗装した。化成処理後および電着塗装後の外観を図 3-2.5.7-67 に、電着膜厚測定箇所を図 3-2.5.7-68 に示した。各箇所

おける電着膜厚測定結果を表 3-2.5.7-14 に示した。表 3-2.5.7-14 より、アウター・インナーの両面に $20\mu\text{m}$ 程度の均一な電着塗装が施されていることが確認できた。電着塗装後外観は概ね良好であったが、フロントフードの一部にてハジキが発生した。ハジキの原因は、成形加工時に付着したプレス油、マスチックシーラーが飛散した汚れと考えられ、施工法による改善の余地がある。また、プレス油やマスチックシーラーの汚れは、化成処理工程の前に表面研磨することによって除去でき、その後問題なく化成処理・電着塗装が実施できた。これらの結果より、開発合金向けに改良したジルコニウム化成処理は、ラボレベルから実車サイズの試作材にまでスケールアップした際も適用が可能であることが確認された。



図 3-2.5.7-66 1/1 フロントフード処理の様子

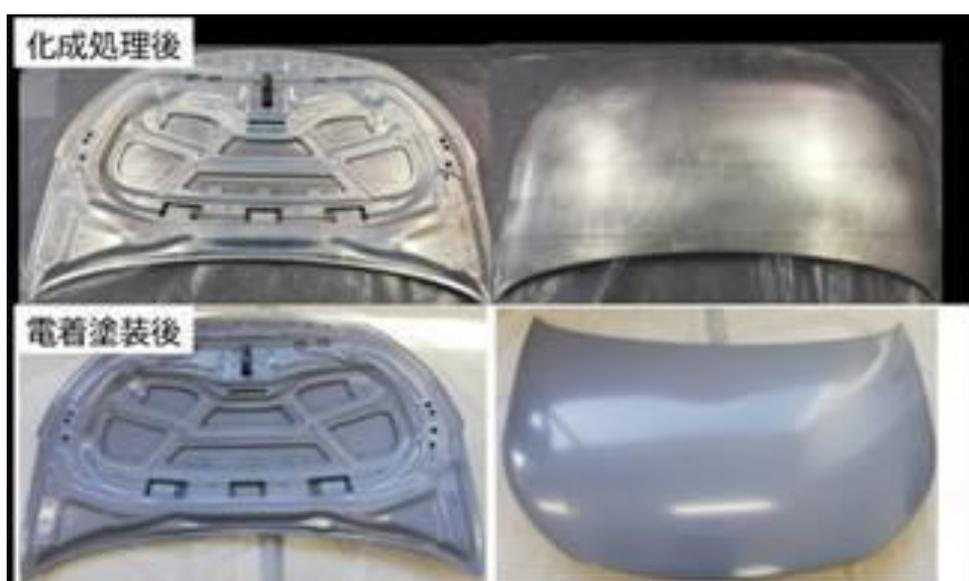


図 3-2.5.7-67 化成及び電着塗装後の外観

表 3-2.5.7-13 皮膜付着量測定結果観

測定位置	Zr mg/m ²
右上	48.4
左下	50.5
右下	53.1
左下	58.1

(測定位置はフロントフード浸漬時の浸漬位置を示す)

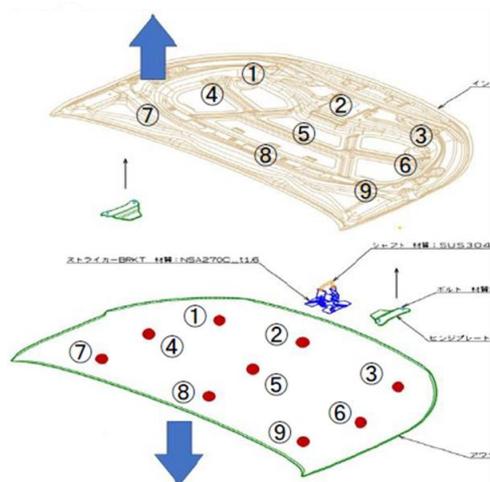


図 3-2.5.7-68 電着塗装膜厚の測定箇所

表 3-2.5.7-14 電着塗装膜厚測定結果

ワーク	測定面	測定箇所 (単位:μm)								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
本番品①	アウター	22	23	22	21	21	23	22	21	22
	インナー	20	21	20	19	18	18	19	19	20
本番品②	アウター	21	21	22	21	20	21	21	22	21
	インナー	18	19	18	17	18	17	18	18	19
本番品③	アウター	22	22	23	21	22	21	22	23	24
	インナー	20	21	20	18	19	18	19	20	20

②-3 マグネシウム合金-アルミニウム合金の同時化成処理条件の最適化

【日本パーカライジング(株)、再委託先：ミリオン化学(株)】

マグネシウム合金板材を自動車部品、具体的にはフロントフードに適用するべく化成処理技術の開発を行う。マグネシウム合金板材をフロントフードに適用する際に想定される課題として、異種金属との同時処理にある。これまで、ガルバニック腐食を起こしやすいマグネシウム合金は異種金属と接合することが避けられてきた。したがって、異種金属と同時に化成処理することはなく、自動車構成材料として広く適用

される鋼板、亜鉛めっき鋼板、アルミニウム材などの異種金属を同時に化成処理する技術は確立されていない。このことから、マグネシウム合金と同様に軽量化を目的に多用されると予想されるアルミニウム合金との同時化成処理技術を確立することを目指す。ミリオン化学はこの技術のうち、同時化成処理プロセス条件の最適化として、化成前処理や化成処理の条件設定の最適化を担当し、ある条件範囲を見出した。

自動車ラインでは他種材料が処理されるためにマグネシウム合金材向けのようなエッチング工程とスマット除去工程は通常工程に存在しない。マグネシウム合金材はその材料特性から通常これらの工程を必須とするため、工程追加による塗膜性能の影響を確認した。表 3-2.5.7-15 に示した化成処理条件にて評価を実施したが、通常はエッチング工程とスマット除去工程を追加することで皮膜成分である Zr 付着量が低下することが既知情報として知られており、Zr 付着量を確保するため pH を低く設定した。塗装は日本パーカラijing(株)にてカチオン電着塗装を実施した。評価は電着塗装単膜で表 3-2.5.7-16 に示す内容で実施し、結果を表 3-2.5.7-17、表 3-2.5.7-18 に示した。

エッチング工程とデスマット工程を追加することで、皮膜成分(Zr)付着量が低下する傾向が確認され、これまでの再現性が得られた。

塗膜性能評価では、工程を追加することで大幅に性能が悪化することが確認できた。これは剥離後の図 3-2.5.7-69 に示すように、塗膜下で腐食が広範囲に広がっていることが観察できる。微小圧延痕(凹凸の筋)が除去され平滑性が付与され、腐食要因物質がカット部から横方向に広がりやすくなったためではないかと推測した。また、「皮膜成分(Zr)付着量変化における塗膜性能試験」の塗膜性能評価結果と No.i の結果を比較すると、塗膜の膜厚差は解消されているものの AZ31 と A6061 の性能差は拡大している。皮膜化成条件の pH が低いため、皮膜化成工程でのエッチングが進行し、塗装性能に影響した可能性が考えられる。程度の違いはあるが、No.ii の工程追加と同じ現象が起こっていると推測した。

マグネシウム合金板材を自動車部品に適用するべく化成処理条件の最適化を行った。化成処理条件としては、薬剤濃度や pH などの条件を変化させ、皮膜成分(Zr)付着量や塗膜性能を評価することで最適化を行った。皮膜成分(Zr)付着量は pH で制御でき、20~80mg/m²にすることで塗膜性能が良好な結果を示すことを見出した。実用化にあたっては素材や薬剤の添加剤、塗料が異なることが考えられる。このため、実際に用いられる素材や塗料にあわせて、化成処理条件もアレンジするなど配慮が必要と考える。

表 3-2.5.7-15 化成処理工程

No.	脱脂	エッチング	スマット除去	皮膜化成
i	GC 2026 3%, 55°C, 360 秒	—	—	GR AL-80 2.5%, 40°C, 120 秒 pH=3.0, FF=15ppm
ii	↑	GF MG-104SX 2.8%, 60°C, 30 秒	GF MG-15SX 45%, 60°C, 240 秒	↑

※GCは「グランダクリナー」、GFは「グランダファイナー」の略称。

表 3-2.5.7-16 塗膜性能試験詳細

試験項目	評価方法
SDT	5% NaCl、50℃、240 時間 X カット部の片側最大錆、膨れ幅、片側最大テープ剥離幅
CCT(JASO M609)	塩水噴霧(35±1℃, 5% NaCl, 2 時間)→乾燥(60±1℃, 4 時間) →湿潤(50±1℃, 95%RH 以上, 2 時間)を 1 サイクルとして X カット部の片側最大錆、膨れ幅を測定

表 3-2.5.7-17 皮膜成分(Zr)付着量

No.	供試材	皮膜成分(Zr)付着量 (mg/m ²)
i	AZ31	32.6
	A6061	58.0
ii	AZ31	27.9

表 3-2.5.7-18 塗膜性能評価結果

No.	供試材	平均塗膜厚 (μm)	SDT (mm)		CCT (mm)	
			錆、膨れ幅	剥離幅	120 サイクル	230 サイクル
i	AZ31	18.6	4.0	4.0	2.0	4.0~5.0
	A6061	16.7	0.5	0.5	0	0
ii	AZ31	19.8	27.3	27.3	2.0~5.5	5.5~15.5



No.i

No.ii

図 3-2.5.7-69 SDT テープ剥離後の代表写真

③-1 マグネシウム合金の各種信頼性（疲労特性、腐食特性、成形性等）データベースの構築【産業技術総合研究所】

(1) 新難燃性マグネシウム合金の各種信頼性（疲労特性、腐食特性）データベースの構築

開発した難燃性マグネシウム合金の溶融溶接（TIG, MIG）継手を対象として、疲労特性を明らかにすることと、開発した難燃性マグネシウム合金母材の耐食性と電気化学特性の関係を明らかにした。

疲労特性の評価に関しては、2018～2019 年度に、新たに開発した難燃性マグネシウム合金（AX41（押出材）：射水分室、AX92（押出材）：長洲分室、名古屋守山分室、AX81(G)（圧延材）：相模原分室、AX81(S)（圧延材）大阪分室）を対象として、母材および各種継手（MIG, TIG, FSW）の疲労特性を平面曲げ疲労試験により共同で評価した。名古屋守山分室は AX92 の特性評価を担当し、応力比 $R=-1, -0.5, 0$ の疲労特性を系統的に評価した。また、他の分室で取得した疲労試験結果の集約を実施した。その一環として、母材および MIG 継手、FSW 継手、TIG 継手から得られた疲労試験結果を疲労限度線図に整理し、応力振幅に対する平均応力の影響を調べた。

図 3-2.5.7-70 の(a)に母材（ 0° 材）の疲労限度線図、(b)に MIG 継手の疲労限度線図、(c)に TIG 継手の疲労限度線図、(d)に FSW 継手の疲労限度線図をそれぞれ示す。母材の疲労限度線図に注目すると、応力比 -1.0 から -0.5 において応力振幅は平均応力の影響が少なかった。これは 90° 材でも同じ傾向であった。これは、平均応力の影響が少ないことを示唆している。それに対して MIG 継手では平均応力の増加とともに応力振幅が低下し、平均応力の影響が確認された。TIG 継手に注目すると、MIG 継手と比較して相対的に疲労強度が低いことが確認され、MIG 継手と同様に平均応力の影響が確認された。FSW 継手に注目すると、MIG 継手および TIG 継手と比較して疲労強度は高い値を示し、母材に準ずる値を示した。また、緩やかではあるが、平均応力の影響が確認された。この様に、開発した合金の母材と各種溶接継手の疲労特性をデータベースとして系統的に取得することができた。なお、本データベースは、2019～2020 年度に実施した気密疲労試験構体の設計・製造に必要な信頼性データとして活用されている。

次に、難燃性マグネシウム合金の耐食性評価結果を紹介する。耐食性の評価に関しては、2018～2019 年度において、難燃性マグネシウム合金圧延材の耐食性に及ぼす合金成分の影響を調査した。アルミニウム(Al)濃度を 6-11wt%に調整し、カルシウム(Ca)濃度を 1wt%に固定、亜鉛(Zn)を 1wt%添加した合金(AZX)、添加しない合金(AXM)を対象として、 $\text{pH}=10$, 5wt% NaCl 溶液に 72h 浸漬した際の重量減少腐食速度および電気化学特性を評価した。腐食生成物を除去後の表面プロファイルの測定より侵食深さを求めた。

図 3-2.5.7-71 に両合金の Al 濃度と重量減少腐食速度 ($\text{g}/\text{m}^2/\text{d}$) との関係を示す。AXM 系合金の場合、腐食速度は Al 濃度 7-8wt%で極小値を取るが、AZX 系合金は同じ濃度レベルで極大値を取っている。電気化学インピーダンスを測定したところ、図 3-2.5.7-71 を支持する結果が得られた。腐食電位は全体的に AZX 系合金が AXM 合金よりも約 50mV 高い値を示して変化した。

本現象は Al 濃度 7-8wt% の領域で顕著になることから、この濃度域で合金中に析出し始める $Al_{12}Mg_{17}$ (β 相) の関与に注目した。従来研究より、Zn の添加は微細 β 相の析出を促進することが知られている (斎藤他、軽金属 66(2016),246.)。この結果、母相 α 中の Al 濃度が低くなり、 α 相と微細 β 相との間でマイクロガルバニック腐食を生じることが予想された。そこで EDX 分析によって Al 濃度 8wt% の AXM 合金および AZX 合金の α 相中の Al 濃度を測定した結果、前者は平均 4.36wt%、後者は 3.83wt% と、0.53wt% の差異が認められた。AZX 合金の腐食電位が約 50mV 高いことも、本予想を裏付けている。合金の Al 濃度が 7-8wt% 以上になると、 α 相中の Al 濃度がさらに増加するため、Zn 添加の影響は低下し、結果として AZX 合金と AXM 合金の重量減少腐食速度の差は小さくなる。ただし表面プロファイル測定の結果、AZX 合金では局部腐食の傾向が高まることを見出しており、注意が必要である。

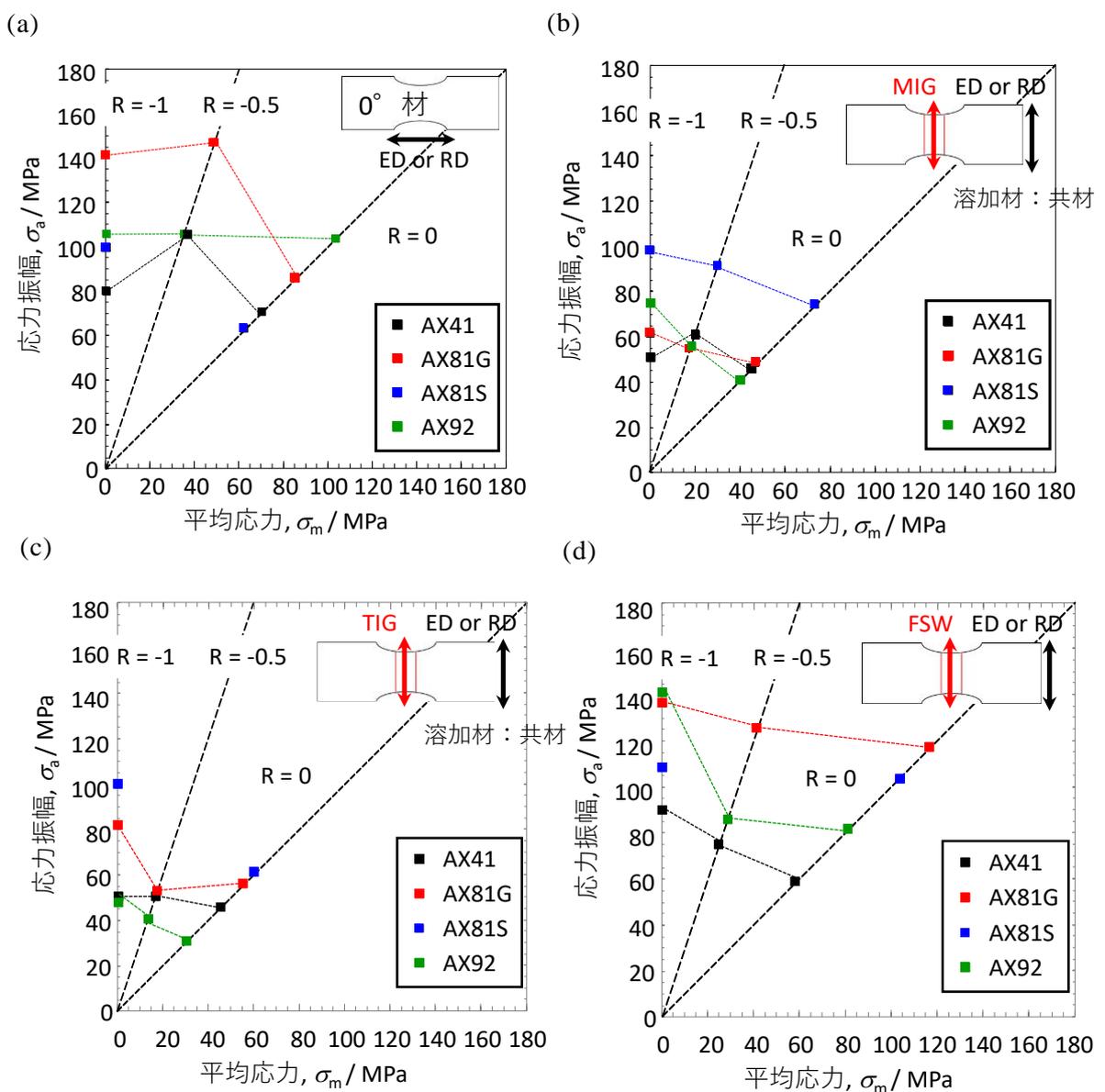


図 3-2.5.7-70 難燃性マグネシウム合金の疲労限度線図： (a) 母材 (0° 材)、
(b) MIG 継手、 (c) TIG 継手、 (d) FSW 継手

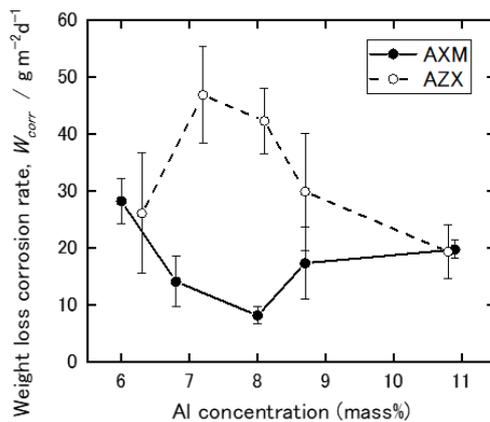


図 3-2.5.7-71 難燃性マグネシウム合金の腐食速度に及ぼす Al 濃度および Zn 添加の影響

2020 年度には、マグネシウム合金とアルミニウム合金のガルバニック腐食挙動を調査した。マグネシウム合金は化学的に活性であり、殆どの金属や炭素材料と接触するとマグネシウム合金が負極となるガルバニック腐食を被りやすい。ガルバニック腐食を軽減する方法として、腐食電位が比較的近く、軽量金属であるアルミニウム合金の相手材としての利用が有望であるが、両合金間のガルバニック腐食挙動の研究例は少ない。そこで NaCl 溶液中に浸漬した AZX611 マグネシウム合金 - A6N01 アルミニウム合金接合材に生ずるガルバニック腐食を評価した。

水溶液中に浸漬した合金接合材の直上にプローブを走査して電流分布を測定する走査振動電極法 (SVET) を用いて解析した。0.09M NaCl 溶液中における接合材の SVET 電流の時間変化を図 3-2.5.7-72 に示す。青色はカソード (正極) 領域、赤色はアノード (負極) 領域を示す。両者は $X=1.0\text{cm}$ においてセパレータを介して電氣的に接触している。全体的に A6N01 の電流分布は均一であるが、AZX611 は局部的に高い電流値を示す箇所が散在し、時間とともに徐々に消滅している。試験後の表面のプロファイルを測定したところ、腐食痕の位置は上記結果と良く対応していた。更に両合金材の面積比が及ぼす影響を調査し、その挙動が混成電位理論によって説明できることを明らかにした。

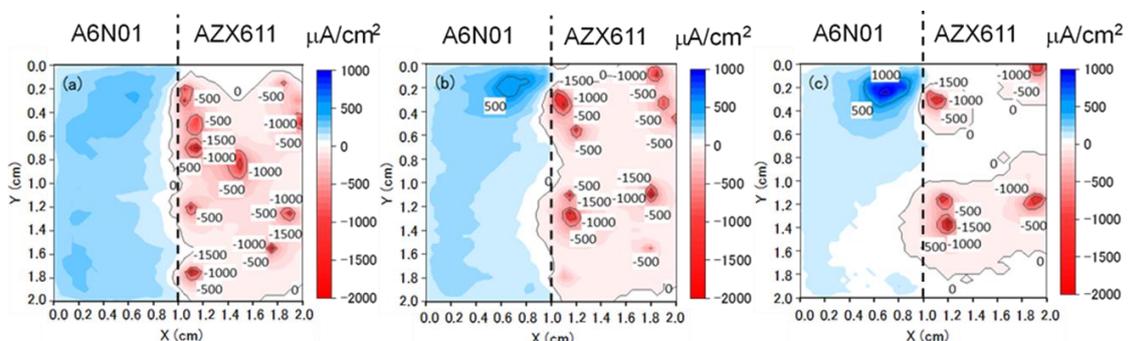


図 3-2.5.7-72 0.09M NaCl 溶液中の AZX611/A6N01 接合材の SVET 電流分布 : (a) 6h, (b) 12h, (c) 24h.

(2) 易成形性マグネシウム合金圧延材の各種特性（機械的特性、成形性、耐食性）
データベースの構築（2019～2022 年度実施）

2019～2020 年度は、Mg-Zn-Al-Ca-Mn 系合金圧延材を対象として、主要元素組成と組織の関係を調査した。ここでは、Mg-1.5mass%Zn を基本合金として、成形性を改善するための元素としてカルシウム(Ca)、強度や耐食性を改善するための元素としてアルミニウム(Al)、マンガン(Mn)を微量に添加した合金を対象とした。アルミニウム濃度は集合組織の形成に大きな影響を及ぼし、少量の添加では、Al を添加しない Mg-Zn-Ca 合金と同様の、TD(板幅方向)に底面が約 30° 傾斜する集合組織を形成する。一方で、一定濃度以上の Al を添加すると、RD(圧延方向)に底面が傾斜する集合組織を形成する。この集合組織の変化は、Al の添加により母相内に Al₂Ca 相が形成され、母相の Ca 濃度が低下することに起因する。そこで、本テーマ（日本金属（株）分）では、主に、母相に Ca が十分に残存する TD に極を有する集合組織を有する組成を採用した。

ここで、Al 濃度を最適化した Mg-Zn-Al-Ca-Mn 合金と、Al を添加しない Mg-Zn-Ca 合金の底面集合組織と逆極点マップを図 3-2.5.7-73 に示す。Mg-Zn-Al-Ca-Mn 合金の結晶粒径は 8.0 μm であり、Mg-Zn-Ca 合金(20.0 μm)と比較して微細な結晶粒を示した。一方で、両者とも TD 方向に極を有するランダムな集合組織を示した。Mg-Zn-Al-Ca-Mn 合金の母相内部には、直径約 100nm の Ca₂Mg₆Zn₃ 化合物と、直径約 10nm の Al-Mn 化合物の球状析出物が均一に分散しており、Mg-Zn-Ca 合金への微量の Al と Mn の添加により、ランダムな集合組織を維持しつつ、微細な粒子を微細分散できることが分かった。

2021 年度には、プロジェクトで開発した Mg-Zn-Al-Ca-Mn 合金圧延材の摩擦攪拌接合(FSW)材の特性を評価した。プロジェクトで開発した Mg-Zn-Al-Ca-Mn 合金圧延材を用いて 1/1 フロントフードを試作する際には、幅 230mm×長さ 2000mm の圧延材(6 枚)を FSW により接合し、広幅圧延材（幅 1380mm×長さ 1900mm）を作製する必要がある。一方、開発合金への FSW 接合に伴い、接合部に強い底面集合組織が形成されたり、歪みの蓄積が誘起されることにより、延性が著しく劣化することが問題となっている。そこで 2021 年度は、開発合金 FSW 接合材への熱処理が接合部の組織や機械的特性に及ぼす影響を評価した。

図 3-2.5.7-74 に熱処理前後の FSW 部の組織（KAM マップ（格子歪みの程度を示す指標））と底面集合組織を示す。熱処理前の組織の KAM 値は 0.98 であった。また、集合組織に関しては板面に対して c 軸が約 20° 傾いた強い底面配向が確認された。一方、400°Cの熱処理に供した試料の KAM 値は約半分に低下しており、熱処理に伴い転位の蓄積は著しく軽減された。また、集合組織に注目すると、熱処理に伴い集合組織強度は約 1/4 に低下した。図 3-2.5.7-75 は、FSW 接合材の熱処理前後の引張り試験の結果である。熱処理前の FSW 接合材の破断伸びは 10%であり、350°Cの熱処理に供した FSW 材の破断伸びもほぼ同じ(13%)であった。一方、400°Cの熱処理に供した FSW 接合材は、倍以上の破断伸び(27%)を示した。このように、適切な熱処理を行うことにより、FSW 接合部の歪みが除去され、また集合組織がランダム化し、延性が回復することが明らかとなった。これらの知見は、2021 年度に TCD を中心と

して実施した 1/1 フロントフードの試作に活かされている。

2021～2022 年度は、さらに、マグネシウム(Mg)合金板材と亜鉛メッキ(GA)鋼板のガルバニック腐食を抑制するための防食対策の諸元を検討した。フロントフード試作に当たっては、Mg 合金と亜鉛メッキ鋼板が接触する部分が存在するため、接触部分においてガルバニック腐食が起こらない諸元の抽出を行った。ここでは、Mg 合金(AZ31B 合金)板材と GA 鋼板を SPR により機械締結した試験片(図 3-2.5.7-76 (左))を対象として、JASO 複合サイクル試験を行った。そして、Mg 合金板材と GA 鋼板の異材界面への接着剤の塗布、GA 鋼板への前電着、GA 鋼板端部へのシーラーの塗布を検討した。また、比較材としてアルミニウム(Al)合金板材と GA 鋼板を SPR にて機械締結した試験片も作製し、その比較を行った。その結果、Al 合金に匹敵する諸元を見つけることが出来なかったものの、異材界面への接着剤の塗布と、GA 鋼板端部へのシーラーの塗布により、Al 合金に迫る防食特性が得られることが明らかとなった(図 3-2.5.7-76 (右))

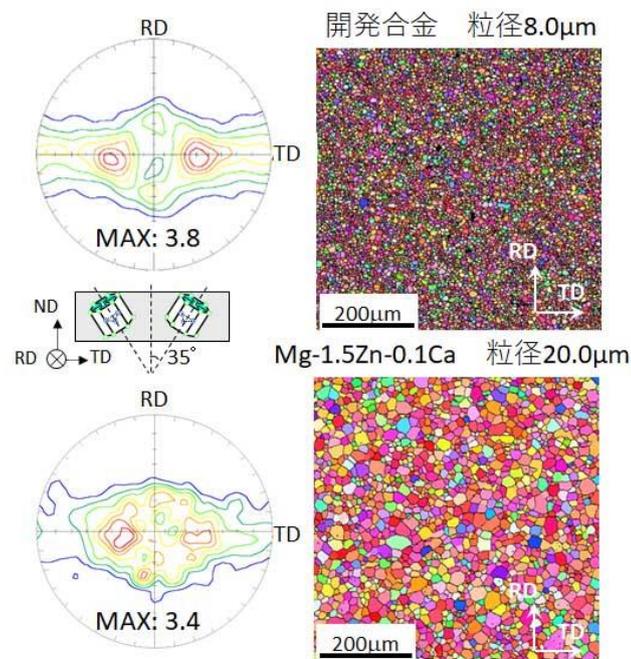


図 3-2.5.7.73 開発合金(Mg-Zn-Al-Ca-Mn 合金)と Mg-1.5Zn-0.1Ca 合金の底面集合組織と逆極点マップ

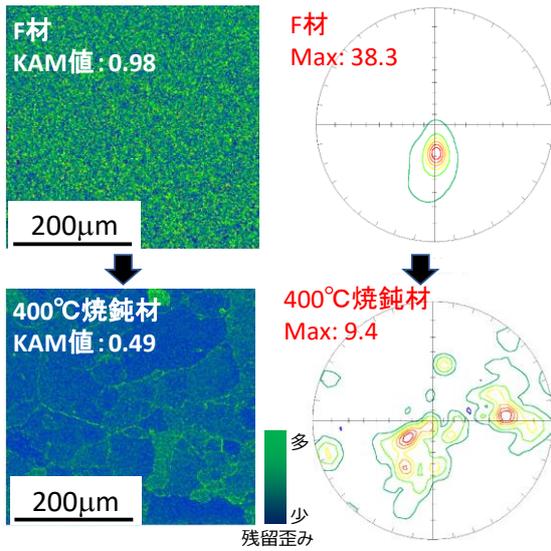


図 3-2.5.7-74 FSW 材及び熱処理材の KAM マップ及び底面集合組織

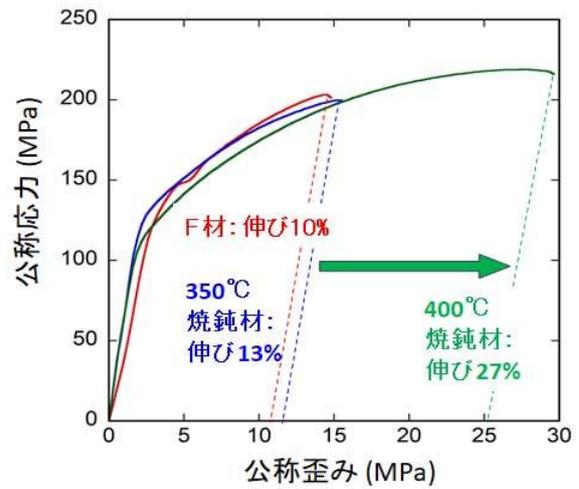


図 3-2.5.7-75 FSW 材及び熱処理材の 応力-歪み曲線

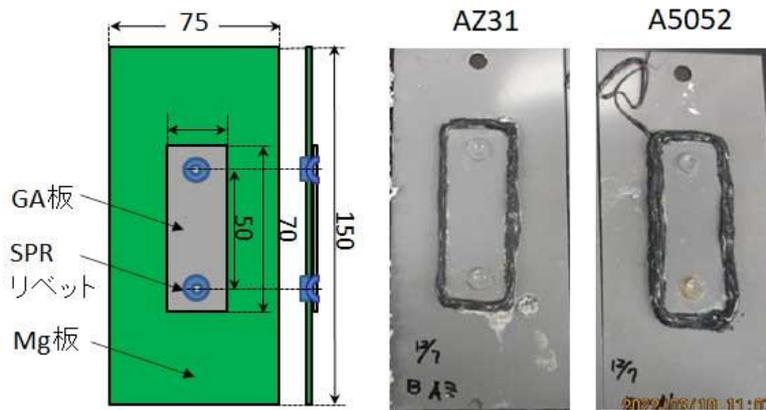


図 3-2.5.7-76 (左) Mg 合金-GA 鋼板-SPR ガルバニック腐食試験片の概要, (右) JASO 複合サイクル試験(280 サイクル)後の Mg(AZ31)合金と Al(A5052)合金試験片の外観。(諸元: GA 板と Mg 板の間に接着剤を塗布し、GA 板端部にシーラーを塗布。)

③-2 マグネシウム合金の輸送器機への適用に関する技術動向調査【産業技術総合研究所、再委託先：日本マグネシウム協会】

2018年度は、国内外における難燃性マグネシウム合金等の材料開発、溶接等の加工技術の動向、輸送機器へのマグネシウム合金適用の動向を調査し、本事業において開発される高性能なマグネシウム合金の汎用化、加工技術および評価方法等に関する課題や問題点を抽出した。

国外に関しては、国際会議（IMA 75th Annual World Magnesium Conference）への参加およびマグネシウム合金押出メーカーの Mag Specialties,Inc.社、ダイカストメーカーの Industrial de Molded de mexico.S.A 社（以上、メキシコ）、中国河南省德威科技股份有限公司、山東省科学院新材料研究所、北京広霊精華科技有限公司、中国有色金属工业协会（以上、中国）の視察を行い、業界動向、研究開発動向、標準化動向等の情報を収集した。国内に関しては、関連する学会等による研究開発動向の調査及び鉄道関連企業、材料メーカーの視察を実施した。これらの技術動向調査の結果として、本事業で開発される材料や評価手法を標準化するために検討すべき項目と、それに対する課題や対策を表 3-2.5.7-19 に示す。(1)材料および(5)燃焼性は JIS などの標準化が進められているが、加工技術や耐食性、信頼性などの評価手法については、標準化へ向けて各種データがまだ不十分という状況である。使用先の状況と対応させながら、メカニズムの解析や各種データの更なる蓄積と整備を迅速に進めていく必要がある。

表 3-2.5.7-19 標準化すべき項目と課題・対応

項目	標準化する事項	課題・対応
(1)材料	開発合金による押出材及び板材の規定 (合金成分、機械的特性など)	開発合金の押出材及び板材が、2018年に発刊された以下4件のJIS改正版に追加で規定された。ISOについては、ISO 3116への追加が提案され2019年5月に改正版発刊。 <ul style="list-style-type: none"> ・ JIS H 4201：マグネシウム合金板及び条 ・ JIS H 4202：マグネシウム合金継目無管 ・ JIS H 4203：マグネシウム合金棒及び線 ・ JIS H 4204：マグネシウム合金押出型材 ・ ISO3116：Magnesium and magnesium alloys - Wrought magnesium alloys（2019年5月に改正版発刊）
(2)接合	溶接用の棒及び線の規定 使用先に合わせた作業基準	国外でも溶接用材料の製造や溶接技術の研究開発が進められている。材料データの蓄積及び整備と、使用先での作業状況を明確にする調査を迅速に進める必要がある。JIS化する場合は、日本マグネシウム協会及び軽金属溶接協会に対応していくこととなる。
(3)耐食性	マグネシウム用の促進試験方法	暴露試験と相関が取れる促進試験方法を確立させる必要がある。多くの使用先から求められている課題であるが、まずは本事業における使用先の状況に合わせた手法の検討と、そのためのデータの蓄積及び整備を進めていく必要がある。
(4)信頼性	疲労や破壊に関するマグネシウム用の試験方法	本事業における使用先の状況に合わせた手法の検討と、そのためのデータの蓄積及び整備を進めていく必要がある。
(5)燃焼性	材料または製品についての燃焼性の判断基準	マグネシウム合金素材用の燃焼性に関する規格は、平成29年度に「JIS H 0544:マグネシウム合金の燃焼試験方法」が制定されている。 製品としての燃焼性の評価が必要となる場合は、本事業における使用先の状況に合わせた検討が必要となる。

2019 年度は、国内外における、自動車部材向けマグネシウム合金等の材料開発、プレス成形技術・接合技術・表面処理技術等の二次加工技術の動向、鉄道車両等の輸送機器へのマグネシウム合金適用の動向を調査し、開発されるマグネシウム合金の汎用化、加工技術及び評価方法等に関する課題や問題点を抽出した。

海外動向に関しては、中国・欧米・韓国の状況を調査した。中国では、自動車だけでなく、鉄道車両関連へのマグネシウム適用も進んできている。実用化の例として、高速鉄道 CR400（復興号）の荷棚の内装部品や、懸垂式電車の車体、地下鉄車両のシートや手すりなどへの適用が発表されている。中国はマグネシウム合金の製造に関わる全てを自国で賄えることができるという強みがあり、様々なアプリケーションへ積極的に応用していく実行力もある。コンテナ、パレット、建材など、輸送機器部品だけでなく、幅広い分野に展開されようとしている。欧米に関しては、自動車部品への適用が継続的に推進されている。板材に関しては、VW 社が積極的に開発に取り組んでおり、幅広材を用いて、FSW、ローラーヘムなどの加工により外板部品の試作が行われている。板材の製造は、韓国の POSCO 社が実施している大型の双ロール鋳造圧延製造設備に注目している。POSCO 社の双ロール鋳造圧延機によると、マグネシウム合金の圧延は、スラブ圧延に比べ 2/3 のコスト削減が可能となり、圧延材のコストは 2000 年の 18~20 €/kg に比べ 2015 年に 7~9 €/kg になっているとしている。工業生産レベルとしては、1.4 m 幅で重量 3 t の大型コイルの製造が可能である。韓国に関しては、車体軽量化対策により自動車へのマグネシウム合金適用が進んでいる状況となっている。特に圧延材に関しては、大手鉄鋼メーカーの POSCO 社が 2m 幅の鋳造圧延機と温間圧延機を導入し、2009 年から約 10 年間の大型国家プロジェクト「WPM」の中で、自動車のルーフ、トランクリッド等のパネル部品を試作している。その他にも、EV 車用のバッテリーケース、ドローンの機体、LED ライトカバー等のマグネシウム製品の試作を行っており、実用化へ向けた開発が進められている。

国内動向に関しては、マグネシウム合金の輸送機器への適用等に関連する国内各所における発表を調査した。鋳造に関する発表は、輸送分野で長く適用され続けていることもあり少なく、輸送分野での使用実績が少ない展伸材関連の発表が多くなっている。本事業と共に、マグネシウム合金展伸材の製造技術、加工技術に関する研究開発が着実に進められることにより、輸送分野の軽量化ニーズに対応すべく技術が確立されていくことが期待される。

上記の調査より、輸送分野におけるマグネシウム合金適用へ向けた課題、問題点を抽出した（表 3-2.5.7-20）。

表 3-2.5.7-20 輸送分野へのマグネシウム合金展伸材適用へ向けた課題・問題点

項目	課題・問題点
合金開発	・高成形性、高耐食性を有し、コスト増の影響が少ない成分構成の板材用合金開発。 (鉄道車両構体向けの押出材・圧延材の合金は本事業により開発されており、展伸材として JIS 化済み。)
製造技術 押出	・長尺化への対応。大型設備導入、対応可能設備の借用等を検討。 ・押出速度向上による生産性の向上。
製造技術 圧延・プレス加工	・幅広化への対応。大型設備導入、対応可能設備借用、接合での対応などを検討。 ・室温での絞り、ヘミング加工等、室温成形性の向上。
接合	・大型部材への対応 (MIG 溶接、TIG 溶接、FSW)。 ・異材との接合技術の開発、データ収集と整備。 ・締結、接着の技術開発。
表面処理 耐食性	・大型部材への対応。処理方法、設備、用具の検討。 ・異材との同時表面処理技術への対応 ・電食対策の確立
評価方法 その他	・マグネシウム材料に見合った耐食性の促進試験方法の確立。 ・疲労、破壊、軸力に関するマグネシウム用の試験方法の確立。 ・鉄道車両構体向けの大型部材での燃焼性の確認。 ・製造工程中に発生する難燃性マグネシウム合金の切りくずの燃焼性の確認。 ・端材・製品→地金・ビレットなど、リサイクルの可能性検討。

2020 年度は、本事業において開発される、自動車及び鉄道車両部材向けの高性能なマグネシウム合金の汎用化、加工技術及び評価方法等に関する課題や問題点を抽出するために、自動車部材向けマグネシウム合金等の材料開発、プレス成形技術・接合技術・表面処理技術等の二次加工技術の動向、鉄道車両等の輸送機器へのマグネシウム合金適用の動向等の調査を実施した。実施した調査の概要を表 3-2.5.7-21 に示す。

表 3-2.5.7-21 調査概要

実施内容 (調査先等)	実施方法
国外におけるマグネシウム合金の輸送器機への適用に関する技術動向の調査 調査先：2020 IMA Conference Webinar Series "A 5-Day Virtual Experience"	オンラインセミナー 実施日：2020 年 10 月 13～15 日、20 日、22 日
国内におけるマグネシウム合金の輸送器機への適用に関する技術動向の調査 調査先：ポートメッセなごや 第 3 回名古屋オートモチブワールド	現地調査 実施日：2020 年 10 月 23 日
国内におけるマグネシウム合金の輸送器機への適用に関する技術動向の調査 調査先：日伸電工(株) (兵庫県たつの市)	現地調査 実施日：2020 年 11 月 13 日
国内外におけるマグネシウム材料の研究開発動向及び輸送器機への適用動向に関する調査 調査先：軽金属学会、TMS 等	各種文献等による調査

一連の調査から、抽出された輸送器機へのマグネシウム合金展伸材適用へ向けた課題・問題点を表 3-2.5.7-22 に記す。

鉄道車両構体向けの開発合金による押出材、圧延材は、JIS への登録が完了している。これに続き、開発合金の接合に必要な溶接棒及び溶接ワイヤを作成中 JIS に登録している。材料開発については、標準化という形で本事業の成果が出始めている。自動車部材向けの材料については、室温成形性と耐食性を高めることが課題となること、いずれかを向上させる研究開発は行われているが、同時に高めようとする技術開発が行われていない。高成形と高耐食性の板材が開発されれば、世界に先駆けた技術となるだろう。二次加工の技術については、接合では、プレス加工や疲労試験を

行っているにもかかわらず満足な結果が得られていない。リベット等の締結、接着や、表面処理方法、ガルバニック腐食対策についても、最適な条件が見極められていない。データ不足の課題は多く、更なる試験データの収集を継続していく必要がある。押出材、圧延板材の大型化については、設備への対応が継続した課題となっている。設備導入か借用での対応か、今後の材料開発の状況によって継続して検討を進めることとなる。

材料開発ではまだ多くの課題があるが、輸送機器、特に自動車業界の動きは、マグネシウムに取っては追い風とも言える状況が出始めている。環境対策のために、自動車の電動化が急速に進むような目標が世界各国で発表され、これに対応するためには軽量化が重要な対策の一つとなっている。マグネシウムダイカストは、使用量が今後大きく増えるという予測もある。本事業で開発する展伸材が自動車の外板等の大型部品に採用されれば、大きな軽量化効果を得ることができるため、鋳造品に続いて展伸材部品の需要も増えていくよう、各種課題の解決に努めていく必要がある。

表 3-2.5.7-22 輸送機器へのマグネシウム合金展伸材適用へ向けた課題・問題点

項目	課題・問題点
合金開発	<ul style="list-style-type: none"> 高成形性、高耐食性を有し、コスト増の影響が少ない成分構成の板材向けの合金開発と標準化。 (鉄道車両構体向け押出材・圧延材の開発合金は材料規格にJIS化済み。)
製造技術 押出	<ul style="list-style-type: none"> 長尺化への対応。大型設備導入、対応可能設備借用を検討。 押出速度向上。
製造技術 圧延・プレス加工	<ul style="list-style-type: none"> 幅広化への対応。大型設備導入、対応可能設備借用を検討。 室温成形性・加工性の向上。
接合	<ul style="list-style-type: none"> 各種接合材の特性向上（機械的性質、曲げ、プレス成形性）。 異材接合技術。 締結（リベット）、接着の技術開発。 (必要な溶加棒及び溶接ワイヤは材料規格のJISを作成中。)
表面処理 耐食性	<ul style="list-style-type: none"> 大型部材への対応。処理方法、設備、用具の検討。 異材との同時表面処理技術。 電食対策技術。
評価方法 その他	<ul style="list-style-type: none"> マグネシウム材料に見合った耐食性の促進試験方法の確立。 疲労、破壊、軸力に関するマグネシウム用の試験方法の確立。 鉄道車両構体向けに必要な燃焼性に関する試験実施とデータ収集。 難燃性マグネシウム合金の切りくずの燃焼性と回収方法の確認。 開発合金等のリサイクル技術検討。

2021年度は、輸送機器への適用へ向け本事業において開発されるマグネシウム合金展伸材（板材、形材）の材料、加工技術、評価方法等の汎用化及び標準化に関する課題を抽出するために、輸送機器分野におけるマグネシウム合金の適用動向、関連技術の動向等を把握するための調査を実施した。実施した調査の概要を表 3-2.5.7-23 に記す。

表 3-2.5.7-23 調査実施内容

<p>内容：国内外におけるマグネシウム合金の輸送機器への適用に関する技術動向調査 <国内調査先> 軽金属学会第140回春期大会（オンライン）、軽金属学会第141回秋期大会（オンライン）、 第24回関西ものづくりワールド（インテックス大阪）、第4回名古屋オートモチブワールド（ポートメッセなごや）</p>
--

第7回鉄道技術展（幕張メッセ）、軽金属学会九州支部70周年記念シンポジウム（熊本大学工学部百周年記念館） < 国外調査先 > TMS2021（オンライン）、78th IMA Annual World Magnesium Virtual Conference（オンライン） < その他 > 各種文献等による調査、関連会社ヒアリングによる調査

マグネシウム合金の最近の実用化例は、電気自動車や非破壊検査用の測定機等、ツールは新しくなっているものの、依然として既存合金を用いた鋳造で製造される自動車部品、電子機器筐体が多い。展伸材は実用化例が少なく、汎用合金の特性及び加工性の向上や、Zn-Al系、Al-Ca系、Zn-Ca系、希土類合金等による材料開発といった研究開発が進められている段階である。

本事業では、高速かつ大型の押出材、室温成形性の良い板材、接合による大型部材の製造、異材と同時の表面処理等の開発が進められており、これらは他に先駆けた技術開発と言える。これらの開発される材料、加工技術及び特性評価の手法等の汎用化及び標準化については、各種データを整備して新規性のある評価法等の検討を進めると共に、部品の材料置換等によって市場への普及を早めるために、既存評価法等との比較データを迅速に整備することが重要な課題となる。

各種の調査結果から、輸送機器への適用へ向けた、マグネシウム合金展伸材（板材、型材）の材料開発や、プレス成形技術、接合技術、表面処理技術等の加工技術、評価方法の汎用化及び標準化に関する課題のまとめを表 3-2.5.7-24 に記す。

表 3-2.5.7-24 輸送機器へのマグネシウム合金展伸材適用へ向け開発された材料・技術等の汎用化及び標準化への課題

項目	汎用化への課題等	標準化への課題等
材料	<ul style="list-style-type: none"> 輸送器機ごとの部品の要求に対応するための各種特性データの整備。 小型部品への展開。 大型化への対応。 	<ul style="list-style-type: none"> 型材の一部材料はJISに規定。 板材など更なる材料の規格化には特性、実績等から関係者の判断による。
プレス成形	<ul style="list-style-type: none"> 室温含めた成形条件の確立。 既存評価法による成形後の材料特性データの整備。 	<ul style="list-style-type: none"> ノウハウに関わる部分が多いため標準化は難しい。
接合	<ul style="list-style-type: none"> 接合条件、作業標準の確立。 既存評価法による接合材の材料特性データの整備。 異材接合技術の確立。 	<ul style="list-style-type: none"> 溶接材料のJISは制定済み。 マグネシウムとしての継手等の接合条件、作業標準、接合材の特性は検討できる。
表面処理（耐食性）	<ul style="list-style-type: none"> 既存評価法による耐食性データの整備。 大型部材への対応。 異材との同時化成処理・塗装技術の確立。 ガルバニック腐食対策の確立。 	<ul style="list-style-type: none"> マグネシウムのみでの評価であれば促進試験の新手法は検討できるか。 確立できればガルバック腐食対策の手法は指標はとして示せるか。
その他	<ul style="list-style-type: none"> 疲労、破壊、燃焼性、その他輸送器機ごとに要求される評価項目について、既存評価法によるデータの整備。 実装または実装を模した試験実施とデータ整備。 	<ul style="list-style-type: none"> マグネシウム独自の試験方法が必要となる評価項目については規格化、指標等の検討ができるか。

③-3 マグネシウム合金の接合プロセスの開発と接合部の強度信頼性評価【産業技術総合研究所、再委託先：長岡技術科学大学（宮下）】

2019年度は、4%のAlと1%のCaを含むMg-Al-Ca-Mn系マグネシウム合金（以下、AX41）の抵抗スポット溶接およびSPR接合への適用を試みた。抵抗スポット溶接ではAX41およびAl-Mg-Si系アルミニウム合金（以下、AA6061）の共材および異材の接合、SPR接合ではAX41の共材接合を行い、得られた接合体の強度を引張せん断試験により評価した。また、実際の施工を考え、抵抗スポット溶接では表面研磨の影響についても検討した。

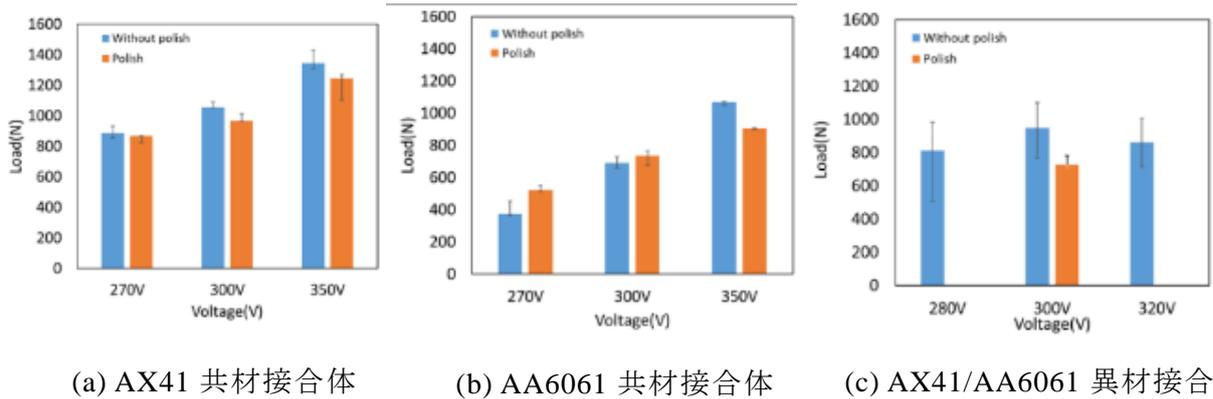


図 3-2.5.7-77 AX41 および AA6061 の異材および共材接合体の引張せん断試験により得られた最大荷重。

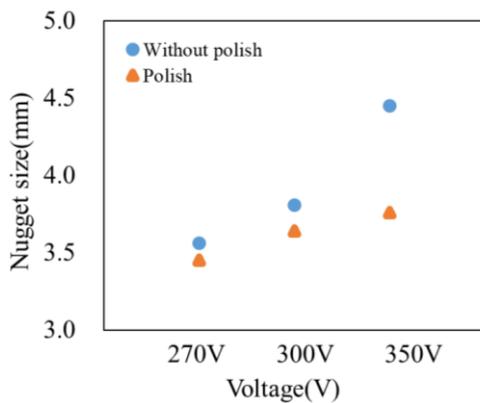


図 3-2.5.7-78 AX41 共材抵抗スポット溶接接合体のナゲット径

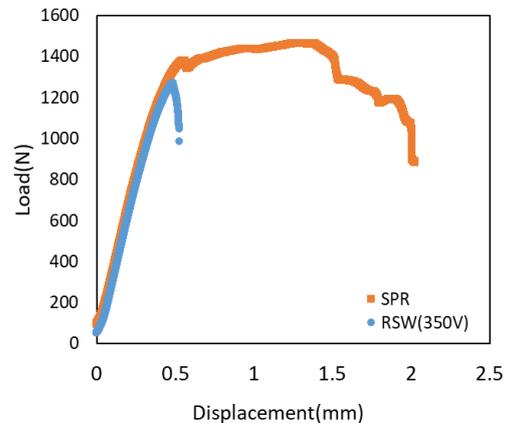


図 3-2.5.7-79 AX41 共材 SPR 接合体および AX41 共材抵抗スポット溶接接合体の引張せん断試験中の荷重-クロスヘッド変位曲線

抵抗スポット溶接接合体の引張りせん断試験により得られた最大荷重を図 3-2.5.7-77 に示す。同図(a)は AX41、(b)は AA6061 の共材スポット溶接継手の結果を示している。今回の溶接条件範囲では電圧が高いほど引張せん断試験により得られた最大荷重の値が高くなった。AX41 共材接合では、表面研磨を施した後溶接した継手の方が研磨を施さずに溶接した継手より最大荷重が低い。しかし、AA6061 共材接合では表面研磨の影響は明確に確認できなかった。AX41 共材溶接継手の引張せん断試験後の破面観察から得られたナゲット径を図 3-2.5.7-78 に示す。本図より、ナゲット径は電

圧が高い条件で得られた接合体ほど大きくなっている。またナゲット径は表面研磨を施した後溶接した継手よりも表面研磨を施さずに溶接した継手のほうが大きかった。ナゲット径の大きさは、継手の強度差の一因と考えられる。図 3-2.5.7-77(c)に、AX41 と AA6061 の異材抵抗スポット溶接継手の引張せん断試験により得られた最大荷重を示す。異材継手では、表面研磨を施すと溶接性が著しく低下し、280V と 320V の条件では引張せん断試験に供することができる継手が得られなかった。また、図 3-2.5.7-77 より、異材接合体は共材接合体と比べて強度のばらつきが大きいことがわかる。異材接合では、溶接中に AX41 熔融金属の著しい飛散が生じていた。今回の結果より、異材接合体は共材接合体と同程度の強度が得られる可能性が見出されたが、強度のばらつきが大きく、安定した接合部を得るためには、さらなる溶接条件の検討が必要と考えられる。

次に、SPR 接合および抵抗スポット溶接により得られた AX41 共材接合体の引張りせん断試験中の荷重-クロスヘッド変位曲線を図 3-2.5.7-79 に示す。同図より、SPR 接合体の方が抵抗スポット溶接接合体 (350V) より高い最大荷重および大きい最大変位を示した。SPR 接合体の接合部の観察より、引張せん断負荷により上板が大きく変形し、リベットが下板から抜けた様子が認められた。また、接合体が大きく曲げ変形を示した箇所近傍のリベット接合端部の上板にはき裂が生じていた。ほかにも、下板の裏側には大きな円状き裂が認められた。これは、室温では変形が底面すべりにほぼ限られることや集合組織の影響等に起因すると考えられ、接合プロセスと合金開発の両者から引き続き検討する必要がある。

2020 年度は、開発合金である難燃性マグネシウム合金 AX41 の共材 SPR 接合およびアルミニウム合金との異材 SPR 接合を実施した。供試材は、難燃性マグネシウム合金 AX41 とアルミニウム合金 A6061 とした。異材接合では、上板を AX41 で下板を A6061 とした場合、上板を A6061 で下板を AX41 とした場合の 2 種類の接合体を作製した。SPR 接合実験の結果、下板を AX41 とした場合には、接合部に割れが認められた。同様の割れは他のマグネシウム合金の SPR 接合でも認められている。

共材および異材 SPR 接合体の引張せん断試験により得られた最大荷重をまとめて図 3-2.5.7-80 に示す。同図より、下板に AX41 を用いた場合には接合体の強度が低くなる傾向が認められる。

次に、AX41 を共材とした SPR 接合体の引張せん断荷重下での強度支配因子および強度評価パラメータを検討するため、中断試験による断面観察を行い接合体の破壊プロセスを調べた。引張せん断試験中の荷重-クロスヘッド変位曲線を図 3-2.5.7-81 に、中断試験による接合部の断面観察例を図 3-2.5.7-82 に示す。図によると、引張せん断負荷によりリベット脚部付近の下板内に割れが生じた。さらに負荷を増大すると、接合体の回転が顕著となり、荷重-クロスヘッド変位曲線の傾きが変化した。ここでは下板内に発生した割れがさらに開口した。そして、最大荷重点付近ではリベットが下板から抜けた。このときに、接合体はさらに回転しており、リベットを引き抜く方向への力の成分も増加していると考えられる。SPR 接合体ではインターロックと呼ばれるリベット脚部が外側へ曲がった大きさ

が強度評価パラメータとして用いられる。十字引張のような負荷モードであれば、インターロックは直接的な強度評価パラメータと考えることができる。他方、接合体の回転をとまなう引張せん断荷重下ではリベット近傍の応力状態が負荷の増大とともに複雑に変化する。特に、今回の観察から、引張せん断試験中にリベット脚部付近の下板内で発生した割れがリベットの引き抜けを助長していると考えられる。この割れを抑制するためには、リベット脚部付近の下板の板厚減少を小さくすること、接合体の回転を抑えることが有効と考えられる。

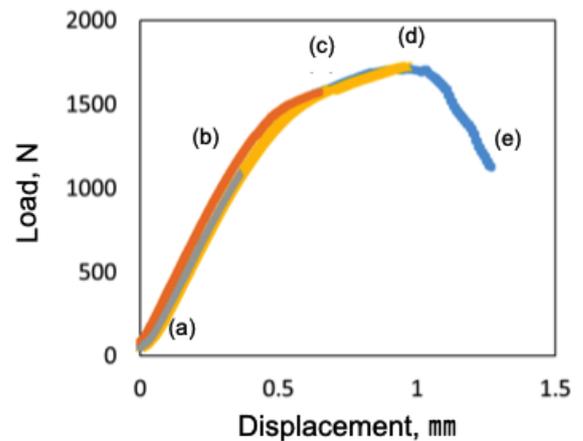
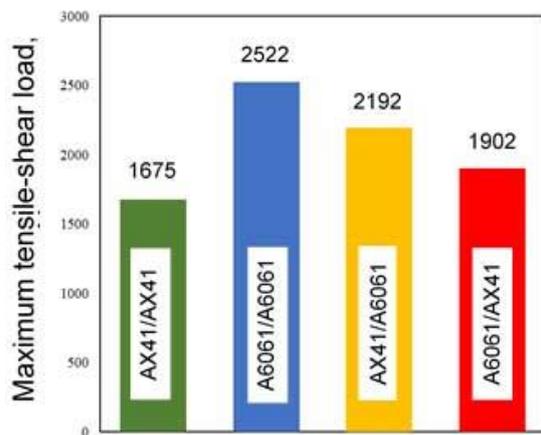


図 3-2.5.7-80 AX41 共材および異材 SPR 接合体の引張せん断試験により得られた最大荷重

図 3-2.5.7-81 AX41 共材 SPR 接合体の引張せん断試験中の荷重-クロスヘッド変位曲線

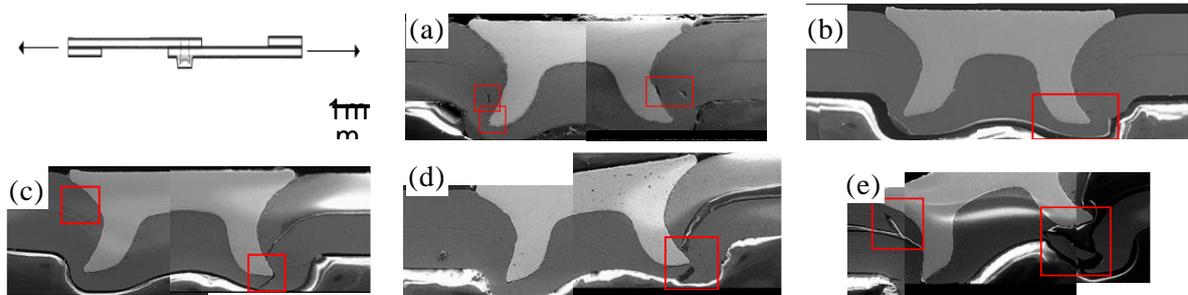


図 3-2.5.7-82 引張せん断中断試験による AX41 共材 SPR 接合体の接合部観察例（図中の(a), (b), (c), (d) および(e) は図 3-2.5.7-80 の各荷重点に対応）

2021 年度は、自動車産業でアルミニウム合金を中心に用いられているセルフピアスリベット（Self-Pierce Rivet、SPR）接合のマグネシウム合金への適用について主に検討した。実働環境を考慮し、本研究の開発合金である難燃性マグネシウム合金 AX41 の共材接合体、AX41 とアルミニウム合金（A6061）の異材接合体、AX41 と冷間圧延鋼板（SPCC）の異材接合体の引張せん断荷重下での疲労強度特性について検討した。疲労強度試験の結果を図 3-2.5.7-83 に示す。疲労強度

試験では、上板に AX41 を用いた場合、上板側で破壊が生じた。図 3-2.5.7-83 より、上板に AX41 を用いた異材接合体は共材接合体よりも高い疲労強度を示し、材料組合せによる疲労強度の相違はほとんど認められなかった。他方、下板に AX41 を用いた異材接合体では、下板側から破壊が生じた。図 3-2.5.7-83 より、下板に AX41 を用いた異材接合体では、A6061 との異材接合体の方が SPCC との異材接合体よりも長寿命域で高い疲労強度を示した。すなわち、AX41 を上板と下板のいずれに用いた異材接合体でも強度の低い AX41 で疲労破壊が生じたが、下板が AX41 の異材接合体では上板と下板の材料組合せによって疲労強度が異なることが明らかとなった。

引張せん断荷重下での SPR 接合体の変形および接合部の応力分布を有限要素法解析により検討した。解析結果の例として、マグネシウム合金共材接合体の変形図と接合部の応力分布を図 3-2.5.7-84 に示す。マグネシウム合金共材 SPR 接合体の方がマグネシウム合金とアルミニウム合金との異材 SPR 接合体よりも大きな変形を示すこと、下板内のリベット脚部での応力集中が顕著であり、ここを中心としたリベットの回転が生じることなど、実験結果を裏付ける知見を得ることができた。

以上のように、開発合金 AX41 の共材および異材 SPR 接合体の実働環境を考慮した強度特性を明らかにし、破壊メカニズムおよび強度支配因子を解明し、継手設計への指針を示した。

ほかに、本研究の開発合金である難燃性マグネシウム合金 AZXM1100 と SPCC との SPR 異材接合の強度特性を明らかにした。また、開発合金の AX41 共材 SPR 接合体の方が、市販材の AZ31 共材 SPR 接合体と比べて疲労強度が高いことなども明らかとなった。

これらの研究成果は、学会発表・講演会 7 件として公表した。

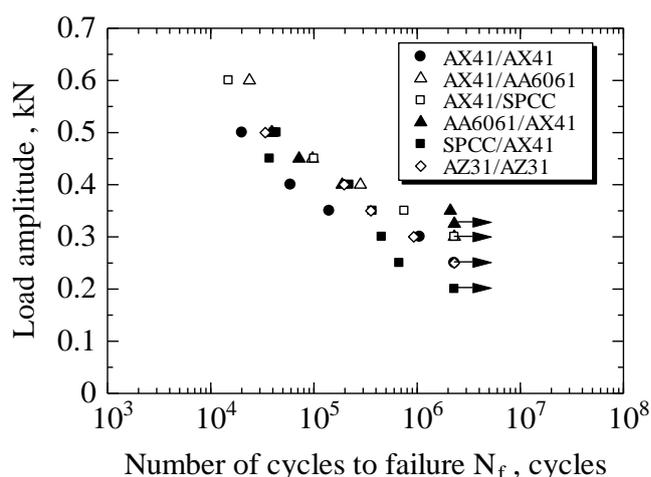


図 3-2.5.7-83 AX41 共材および異材 SPR 接合体の引張せん断疲労強度試験の結果。

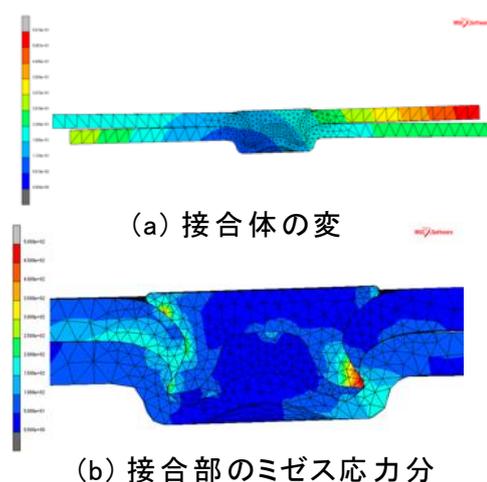


図 3-2.5.7-84 FEM 解析結果の例 (マグネシウム共材 SPR 接合体, 引張せん断負荷; 0.5kN)。

③-4. 易加工性マグネシウム押出部材の開発【三協立山】

2018 年度は気密疲労モックアップ構体（屋根部・側部・側ハリ部）に使用する大型ダブルスキン形材（主要 14 型）の断面形状の設計を完了した（図 3-2.5.7-85）。気密疲労条件に基づいて構体の構造解析を実施し、溶接部への応力集中を回避させることで疲労強度を向上させるダブルスキン形材専用の接手形状を設計した。また、構体組立作業において、屋根パネルと側パネル、側パネルと側ハリ部を結合する箇所には通常、隅肉溶接が多用されるが、当該溶接法では疲労強度の著しい低下を招くことが分かった。そのため、構体組立時の作業性と疲労強度の向上を両立可能な構体結合用接手を検討し、隅肉溶接を行わない独自の接手方法を設計した。

開発合金 AX41 合金による大型・複雑断面形状を有するダブルスキン形材の押出成形プロセス技術の開発では、保有する大型実働機（6000tf 直接押出機）の能力を最大限に活かすべく、拡大押出加工技術の開発に取り組んだ。幅 300mm×高さ 50mm 程度の中空形材を押出加工する場合、通常は 14 インチクラスでの押出条件が選定される。一方、14 インチでの押出加工では押出加工時の面圧が不足したり、大径ビレットを使うことによって形材中心部と端部の材料流動バランスが崩れたりする等の、高速車両を想定した長尺形材の製造に限界が生じてしまう懸念がある。この問題を解決する手段の一つに、大型の押出形材をインチダウンし面圧や押出比を低減させて押出成形する拡大押出法がある。本研究開発では、図 3-2.5.7-86 に示す 14 インチクラスのダブルスキン形状を 12 インチで拡大押出加工するプロセス技術を検討し、低い押出面圧で材料流動バランスを制御しながら当該形状を押出成形する金型を新たに設計した。

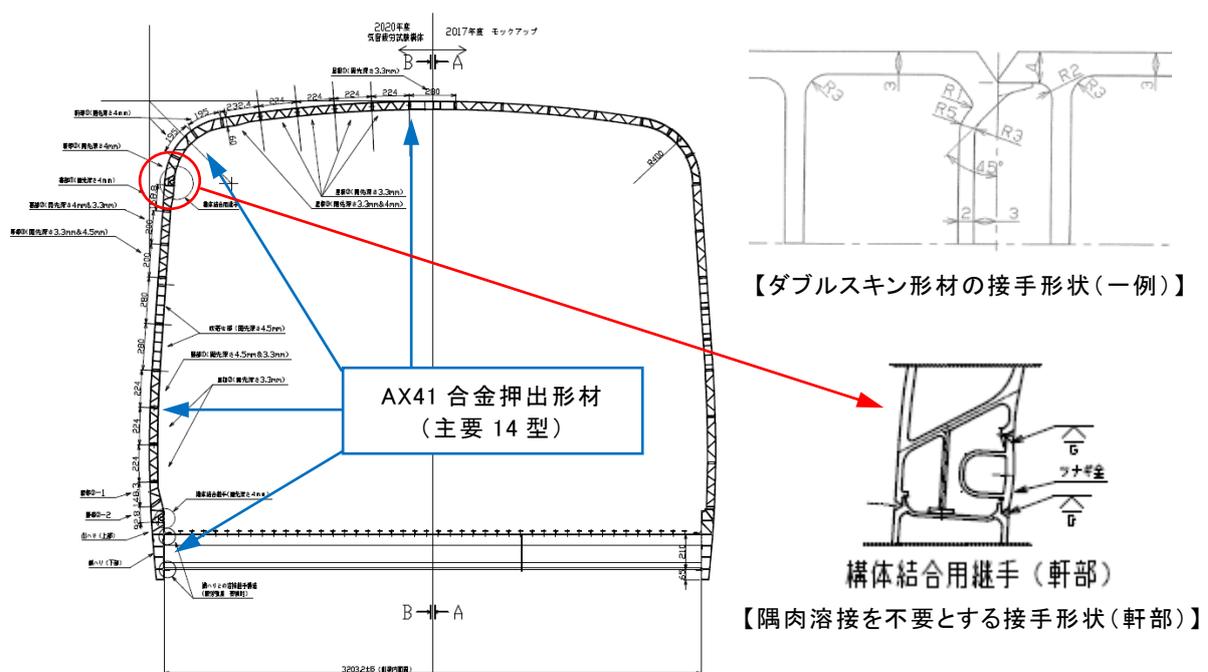


図 3-2.5.7-85 気密疲労構体を構成する押出形材概要と形材接手形状の一例

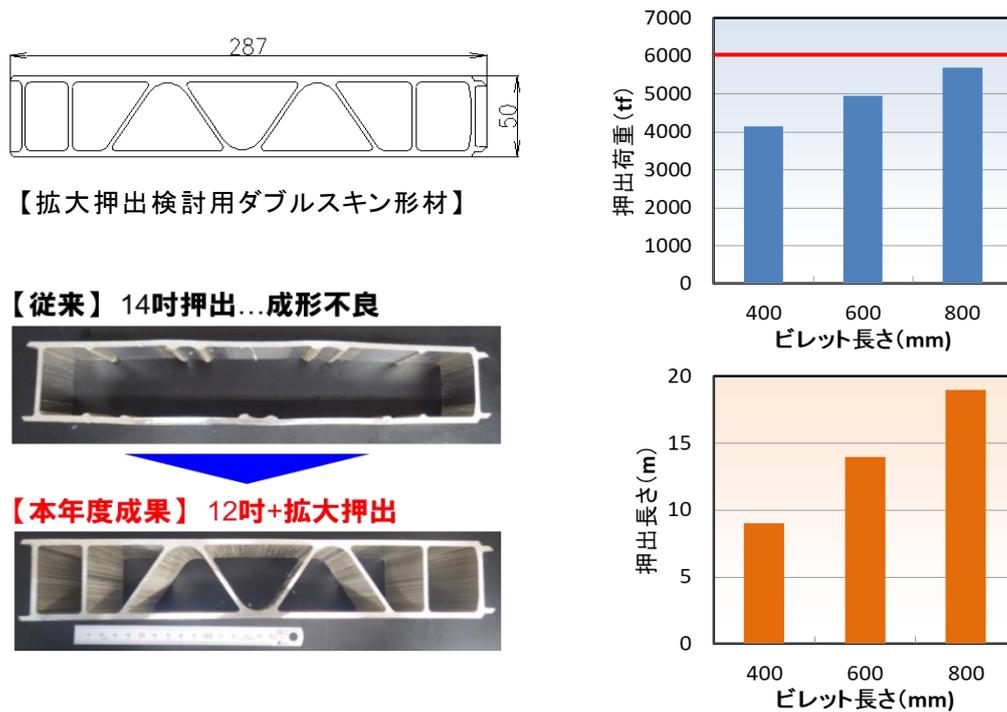


図 3-2.5.7-86 拡大押出技術による試作型材の外観と押出対応可能域の検証結果

その結果、精度と外観が健全な押出型材の成形を実現すると共に、限界ビレット長さや限界型材長さの対応可能域を拡大させることに成功した（図 3-2.5.7-86）。本開発成果は気密疲労モックアップ構体の屋根部材および側部材へ適用した。本技術による押出金型の設計、製作を完了し、当該部材の押出試作を開始した。

構造部材への適用に資する開発材の信頼性データの蓄積では、車両構体の気密疲労試験条件を想定し、AX41 合金押出材の MIG 溶接材における疲労データ（ $R=-0.5$ ）の取得を推進した。本年度は母材および MIG 溶接材の平面曲げ疲労特性の取得を実施し、開発材を用いて構造部材を設計する際のデータとして蓄積した（図 3-2.5.7-87）。

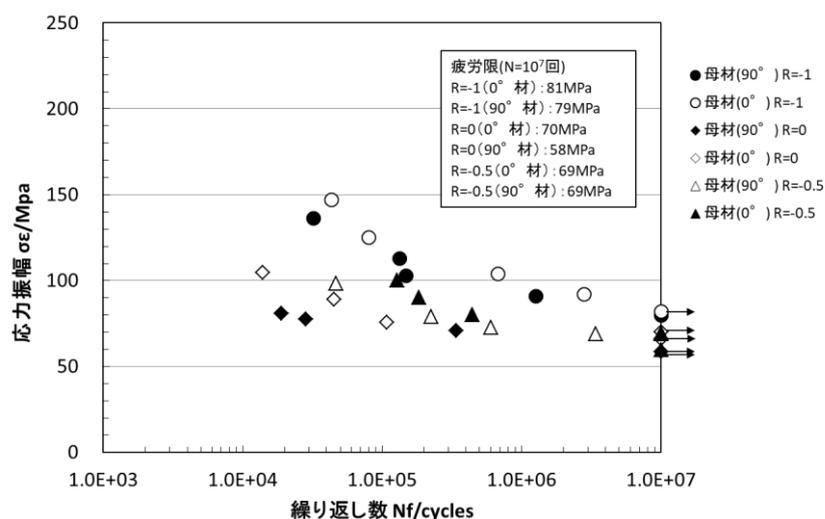


図 3-2.5.7-87 AX41 合金押出材の平面曲げ疲労特性の一例（母材）

2019 年度は、前年度より設計を継続する気密疲労試験用モックアップ構体の作製を計画通り完遂すべく、当該構体を構成する AX41 合金大型中空型材の作製に取り組んだ。特に、明石分室（川崎重工業）と密に連携し、気密荷重を付加した際の接合部疲労強度を向上させる中空型材の継手形状の改良や、構体変形の FEM 解析結果を踏まえた各種中空型材の断面形状の開発を進めた。従来の部分構体用中空型材に採用した溶接継手では、裏当て部の熱容量が大きく、開先のルート部まで十分な溶け込みを得ることが困難なため、接合不良や応力集中が発生し易く、突合せ溶接継手に比べて疲労強度が大幅に低下する課題があった。この課題を解決するため、本研究開発では、裏当て部の形状をテーパ状に薄くして熱容量を小さくし、十分な溶け込みが得られる形状に改良するとともに、ルート部の応力集中軽減策として、中空型材面板の厚さ (t) を開先深さ (h) よりも薄くする ($t/h=0.7\sim 0.8$) ことにより、接合部の疲労強度を向上させることが可能な型材継手形状を開発した (図 3-2.5.7-88)。なお、本成果は関係機関による共同特許として出願を完了した。

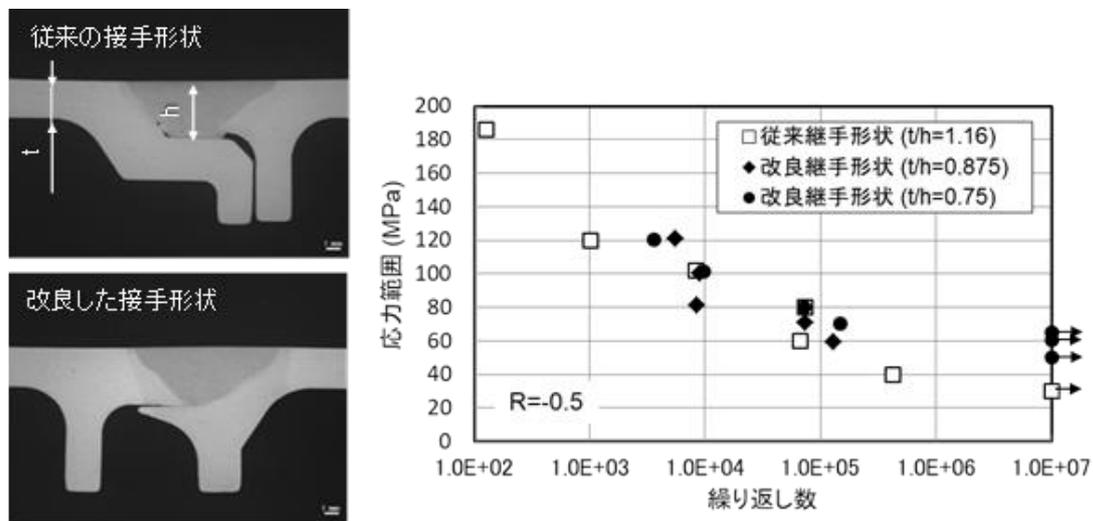


図 3-2.5.7-88 接合部疲労強度を向上させる中空型材の接合部継手形状の改良

また、実際の気密モックアップ構体に使用する合計 17 種類の押出中空型材の設計とその作製を完遂し (図 3-2.5.7-89)、構体組立を実施する横浜金沢分室 (総合車両製作所) への供給を完了した。屋根部および吹寄部を構成する中空型材の作製では、本研究開発で確立した直径 12 インチ ($\phi 307\text{mm}$) の AX41 合金 DC 鋳造ビレットによる拡大押出加工技術を適用し、幅 280mm、高さ 50mm のハモニカ断面形状を有する大型中空型材の押出成形に成功した。また、側受部に使用される押出難易度の高い非対称異形中空型材の作製においては、温間矯正加工を施すことにより、JIS H 4204 に規定される型材の曲がりの許容値 (2mm 以下/m) を十分満足する高精度の中空型材を得ることに成功した。

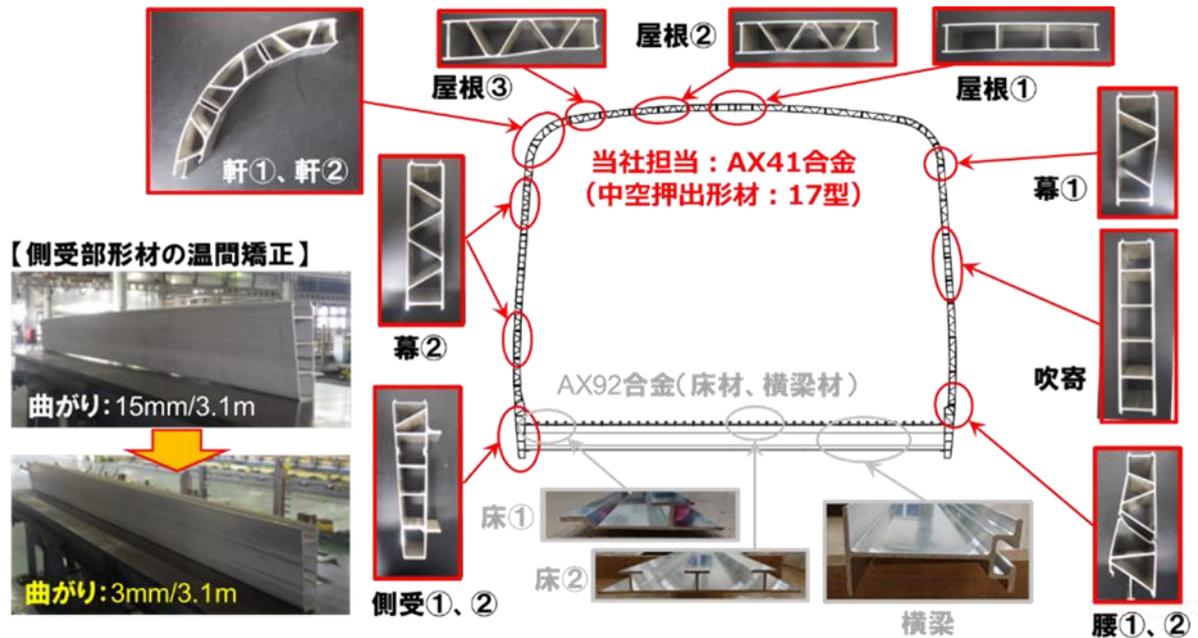


図 3-2.5.7-89 試作した気密モックアップ構体用 AX41 合金大型押出中空型材の概要

自動車用構造部材の開発では、広島分室（マツダ）と連携し、ドアビーム部材を具体的開発ターゲットに設定して易加工性と高強度化を両立する部材開発を推進した。2019 年度は 6000 系 Al 合金に匹敵する押出加工性と、時効硬化による高強度化が期待できる AXM10207 (Mg-1Al-0.2Ca-0.7Mn、mass%) 合金を設計し、ラボレベルにて押出製品速度 20m/min、開発目標（耐力 270MPa 以上、伸び 10%）を達成する高強度高速押出材の作製に成功した。さらに、現行の Al 合金部材と等価剛性で 20%以上の軽量化が達成可能なドアビーム型材を設計し、本開発合金による実機を使用した実部材の作製も試みた。その結果、ラボレベルと同等の押出製品速度においても健全な押出型材が得られることを実証できたが（図 3-2.5.7-90）、開発目標を達成するには押出材の結晶粒微細化（再結晶粒の粗大化抑制）を実現するプロセス改善が必要であることを把握できた。

構造部材への適用に資する開発材の信頼性データの蓄積では、2019 年度は主に AX41 合金押出材の FSW 接合材における各種疲労特性データの取得を進め、開発材を用いて構造部材を設計する際のデータを拡充できた。



図 3-2.5.7-90 試作した AXM10207 合金ドアビーム型材

2020年度は、車両構体用難燃性高速押出合金として開発した AX41 合金について、実用化を見据えた押出型材製造プロセスのさらなる高度化を実働機ベースで検討するとともに、信頼性データの蓄積を継続実施した。具体的には、高速車両構体を想定した長尺型材（目標長さ 25m）の押出成形技術の開発を推進した。押出加工時の荷重低減を図るべく押出ダイスに設計改良を施し、既存実働機（6000 トン押出機）の能力を最大限に活かした、AX41 合金ビレット（直径φ307mm×長さ 800mm）による大型ダブルスキン型材（気密疲労試験構体の屋根型材を模擬）の長尺押出加工を試行した。その結果、長さ 28m の長尺型材の押出成形が可能であること、型材長手方向の形状精度も JIS 規格を満足することを実証できた（図 3-2.5.7-91）。車両構体用部材への採用に向けては長さ 25m の長尺型材に対応した矯正設備の導入が不可欠であるものの、長尺型材の押出成形の実現に対して有意な技術的見通しを得ることができた。開発材の信頼性データの蓄積では、開発材の基本的な特性データの継続蓄積に加えて、気密疲労試験構体で適用した型材継手形状や溶接条件を踏襲した溶接試験材を試作し、当該材による疲労特性の取得準備を完了した。



図 3-2.5.7-91 大型・長尺ダブルスキン型材の押出成形実験の状況

自動車用構造部材の開発では、引き続き広島分室（マツダ㈱）連携のもと、実働機による実際のドアビーム型材の試作開発を実施し、特に押出材の結晶粒微細化（再結晶粒の粗大化抑制）を実現するプロセス改善に取り組んだ。具体的には、押出温度の低温化や液体窒素による押出加工直後の型材急冷プロセス技術の開発を推進した（図 3-2.5.7-92）。また、試作したドアビーム部材の曲げ試験を実施し、押出型材の集合組織と曲げ強度との関係を調査、把握するとともに、曲げ強度の向上に有効でかつ重量増を最小限に抑える型材断面形状と、時効硬化型開発合金組成、ビレット熱処理条件および押出材時効処理条件の最適化の検討を実施した。



図 3-2.5.7-92 液体窒素冷却によるドアビーム型材の実機押出の状況

2021 年度は、次世代高速車両構体への適用を目指して開発した難燃性高速押出合金 AX41 合金の早期実用化と用途拡大を図るべく、高速車両用床パネルの試作開発を推進した。当分室では、床パネルを構成する枠材と床板用圧延母材の試作開発を担当した。具体的には、非対称中空断面形状を有する押出中空型材と、幅 300mm クラスの広幅押出コイル材の製造技術開発を行った。枠材用押出型材の開発では、非対称断面形状ゆえに型材に曲がりが発生することが懸念されたが、押出金型内のメタルフロー設計を最適化するとともに、押出後の型材に温間矯正加工を施すことにより、JIS H4204 の曲がりの規定値を十分満足する真直性の高い押出型材（1mm 以下/m）を得ることができた（図 3-2.5.7-93）。また、押出コイル材では、圧延加工を担当する板橋分室（日本金属㈱）が所望する押出コイル材（図 3-2.5.7-94）の製造技術を確立し、床パネルへ適用される板厚 1.0mm および 0.5mm の圧延床板材の試作開発を支援した。なお、当分室から供試した部材を使用した床パネルは、東日本旅客鉄道㈱が所有する E956 形式新幹線高速試験電車（ALFA-X）に搭載され、実走行環境における各種性能評価を実施した。その結果、床パネルは「不燃性」で、接着による組立可能な最適な表面処理や接着膜厚を設定し、局所荷重や乗客重量に耐え、遮音性はアルミ製床パネルと同等以上の性能を確認した。従来のアルミニウム製床板に比べて約 23%（1 両あたり約 50kg）の軽量化を達成した。このように、開発成果の早期実用化の実現に大いに貢献することができた。

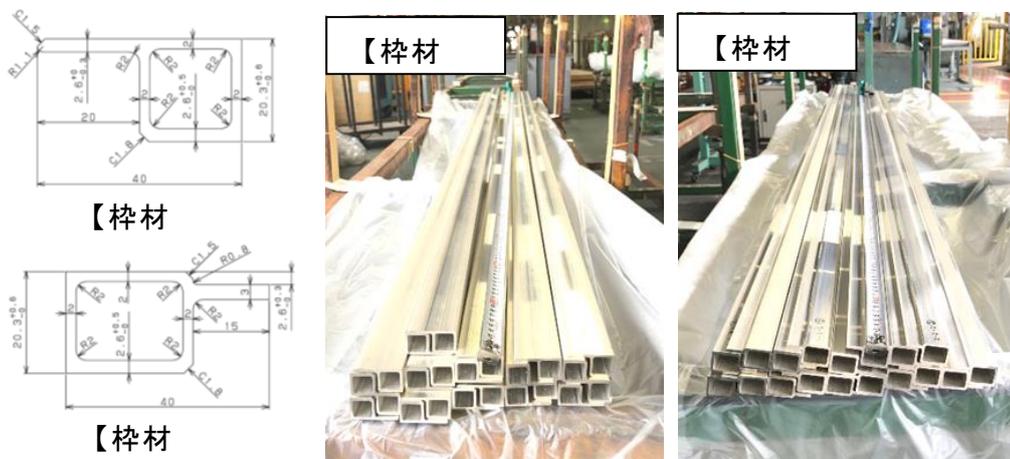


図 3-2.5.7-93 作製した床パネル枠材用 AX41 合金押出中空型材

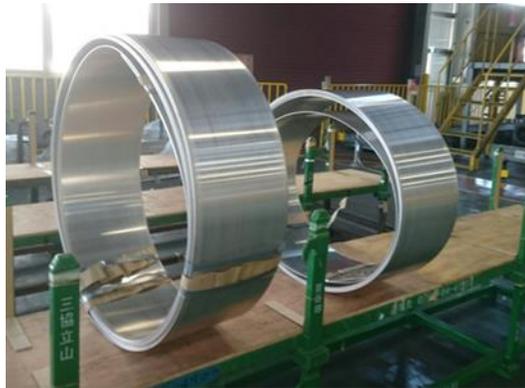


図 3-2.5.7-94 作製した床板用 AX41 合金圧延母材
(押出コイル材、幅 315mm×厚さ 3.0mm)

自動車用構造部材の開発では、実働機による実際のドアビーム型材の試作開発を引き続き遂行した。2021 年度は特にドアビーム部材の目標曲げ強度（最大曲げ荷重 10.1kN 以上）を達成する押出型材の製造プロセス条件と型材断面形状の最適化を検討した。具体的には、開発した時効硬化型合金ドアビーム型材において、異方性低減と強度向上に寄与する組織制御と時効処理条件の最適化を図るとともに、曲げ加工中の圧縮側の耐荷重を高める型材断面形状の改良により、目標値を超える曲げ荷重（10.5kN）を有するドアビーム型材の作製に成功した（図 3-2.5.7-95）。なお、当該ドアビーム型材の現行アルミニウム合金材に対する軽量化率は実測値で 21.2%となり、目標とした軽量化率 20%以上も達成することができた。

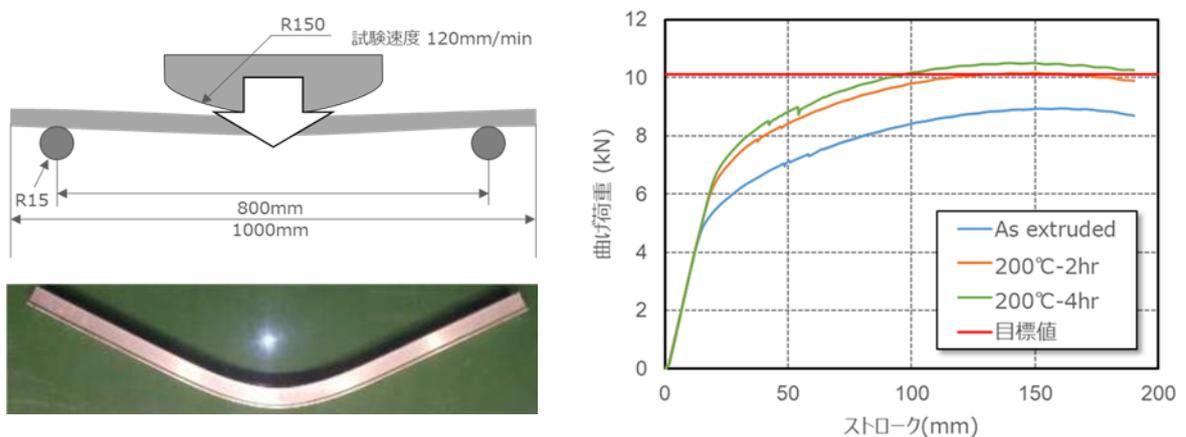


図 3-2.5.7-95 ドアビーム型材の曲げ試験概要と試験結果

③-5 高強度マグネシウム材（中板・厚板）の開発【権田金属工業】

2018年度、相模原分室では板厚 3mm および 6mm 材を対象に、圧延加工プロセスと機械的特性の関係及び実操業機を用いての幅広板材の圧延加工を実施した。中板幅広材（板厚 3 mm×板幅 500 mm）の圧延加工では、量産スケールで圧延加工を行い引張強さ 330 MPa、伸び 13%を得ることが出来た。強度・伸び共に現状簡易モックアップ構体の設計仕様を満足する値であった。一方で、量産スケールではパイロットスケールに比べて、圧延加工条件（素材温度の低下、圧下率やロール速度、変形抵抗）が圧延板材の特性と組織に及ぼす影響が大きくなり、ばらつきが大きくなる事が分かった。一方で、スケールアップに伴う強度の低下は 20MPa 程度に抑止できることが分かった。板厚 6 mm 圧延材ではロール温度・ロール速度を調整することで、ロール径の効果を受けることで、パイロットスケールと同等以上の強度と伸びを得ることが出来た。

作製した板材の組織と機械的特性調査の他に、疲労特性を平面曲げ疲労試験により実施した。2017年度までは母材および MIG・TIG・FSW 継手材の応力比 $R=0, -1$ について調査してきたが、2018年度は母材および MIG 継手材の応力比 $R=-0.5$ における平面曲げ疲労試験を実施し、ビード止端部形状が疲労強度に及ぼす影響について調査した。平面曲げ疲労試験では平行部有り無し（R 形状）での疲労特性を比較したが、結果に差異は認められなかったものの、**図 3-2.5.7-96** に示す S-N 曲線より、 10^7 回における疲労強度は応力比により差が見られた。MIG 材と TIG 材については継手形状を測定し、溶接幅が疲労強度に及ぼす影響や破壊の基礎的検討を他分室と連携して実施した。溶融接合材では引張応力が作用する方向から破断する傾向が強く、余盛が有り、引張応力が作用することで応力集中と熱影響部で破断が生じやすい状態であることが分かった。溶接部の止端角や曲率半径は溶接条件（入熱量）の違いにより差が見られることが分かり、疲労強度だけでなくビード部形状に関する情報も合わせて取得した方がバラツキが軽減されると考えられる。

高強度材の成形性調査を温度・ひずみ速度依存性に着眼し調査した。室温から高温における変形特性では、**図 3-2.5.7-97** に示すように特性に対してひずみ速度依存性が試験温度 200℃から認められ、ひずみ速度が遅く、試験温度が高くなる程、低応力で巨大伸びを得た。変形量ごとに組織を観察すると、動的再結晶によりバイモーダルな組織状態から均一で微細粒な当軸組織を形成することが分かった。この結果を圧延加工プロセスにフィードバックすることで、平均粒径が $5\mu\text{m}$ 程度の当軸微細粒を有し、高強度高延性を兼ね備えた AX81 合金圧延プロセスを確立することもできた。これら素材は、試験温度 200℃において V 曲げ試験では $R/t=1$ （ R =パンチ径、 t =ブランク板厚）程度までは成形可能であった。この知見を基に 200℃における深絞り試験を実施したところ、パンチ径 $\phi 50\text{ mm}$ ・パンチ R5 mm・速度 0.6 mm/s の条件においては割れが発生してしまい、250℃で割れの発生なく深絞りができる。このときの限界絞り比（LDR）は 2.0 を示した。V 曲げ試験と比較して、深絞り試験は変形応力が異なることから成形可能な温度に差が見られたと考えられる。上記の知見を基に、AX81 合金継手材や気密構体作製に向けた試験用板材の提供を行うと同時に、気密構体の設計計算に必要なデータを導出するための板材提供を行った。

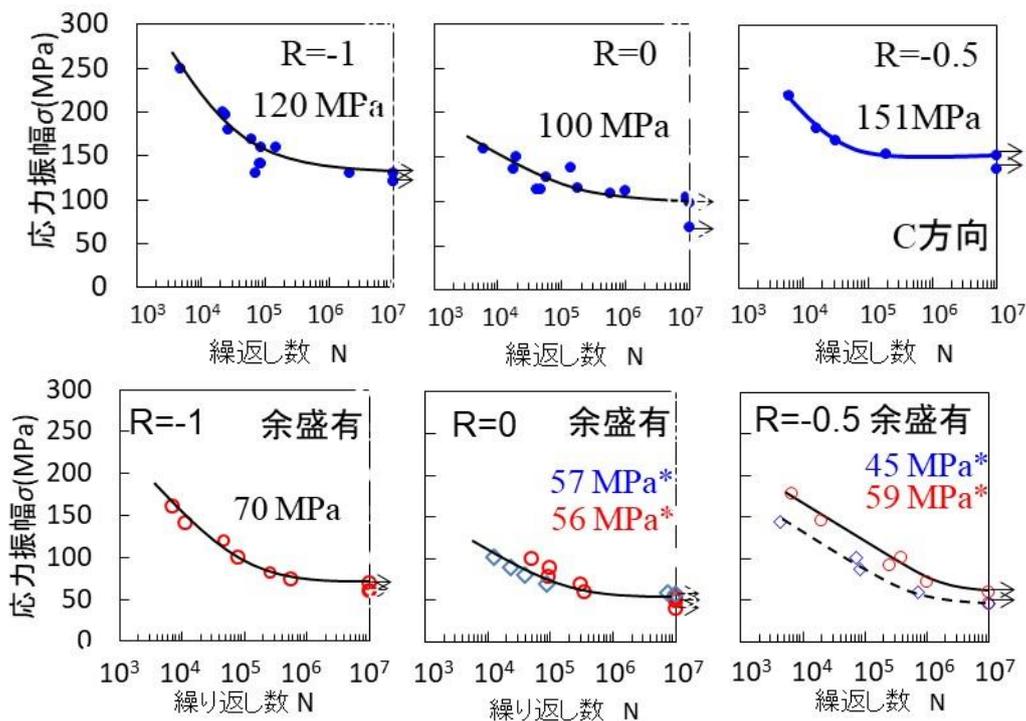


図 3-2.5.7-96 応力振幅を変化させたときの AX81 合金母材(上段)と MIG 継手(下段)の S-N 曲線

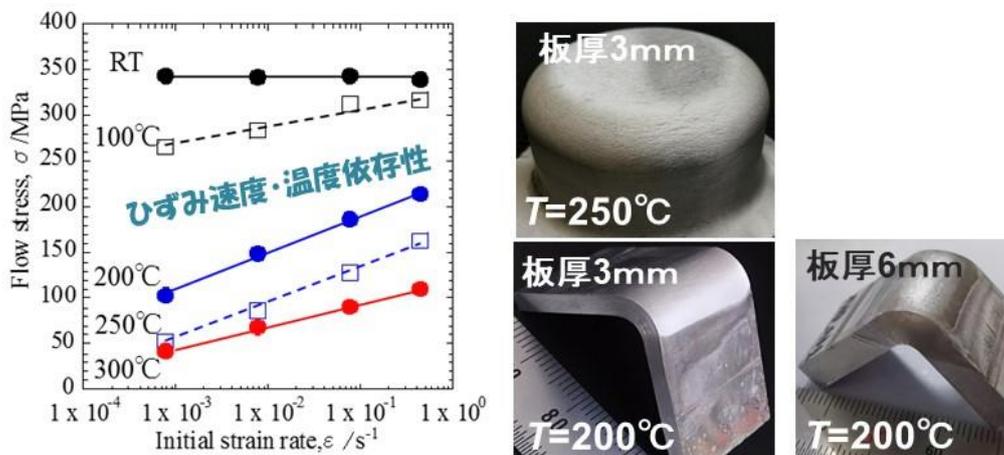


図 3-2.5.7-97 試験温度とひずみ速度の関係及び絞り試験・V 曲げ試験後の外観

2019～2020 年度は AX81G 合金幅広圧延材（板厚 3 mm）を操業実機により作製し、パス間で試料採取することで板幅を 500 mm に幅広化した際の特性低下因子を調査した。圧延加工は面圧低減のためパス回数を増加させた。圧延前後の試料及びロール温度の温度変化、中間熱処理後と圧延終了後の IPF マップを図 3-2.5.7-98 に示す。粗圧延時ではロールと試料温度が近く圧延前後の試料とロール温度差に変化はない。仕上げ圧延はロールと試料温度に約 300°C の差を設けており、圧下率の増加に伴い試料温度差は単調に増加した。図 3-2.5.7-98 より、中間熱処理後の平均粒径は 24 μm、

板厚 3 mm 材では 18 μm の組織を呈し、耐力と引張強さは 280 MPa と 330 MPa で伸びは 5% を示した。ラボスケール材と比べ、強度は 20 MPa の低下であったが伸びは減少し、平均粒径は 2 倍以上であった。今回、パス回数増加に伴う加熱時間を短縮するため仕上げ圧延温度を 50°C 低下させたことが高強度のみを示した一因と考えられ、IPF マップから粒界に残留ひずみの蓄積が伺える。実機幅広化に伴う特性劣化は仕上げ圧延時の素材温度が支配的であったと考えられる。一方、幅広化しても中間熱処理材の平均粒径は高強度高延性を両立するための閾値をクリアしており、幅方向の組織や特性にバラツキは無く、パス回数の影響もなかった。総圧下率 50% を超える粗圧延を行うことで板厚方向にも均一な組織を形成することが分かった。

工業化を見据えた場合、製造時におけるエネルギーコスト削減も重要であり、素材循環を考慮したリサイクル製造を行った。溶解材料はインゴットのみ、板端材のみ、板端材と切削屑を混合した 3 種類の材料から AX81G 合金鋳造材を作製した。鋳造材を板厚 3 mm まで圧延加工した際の各圧下率における強度と伸びを図 3-2.5.7-99 に示す。板端材と切削屑混合材は伸びが小さく、破断面を SEM 観察すると、切削屑混合材には空隙や異物が多く認められた。各材料の水素量を測定すると、インゴット材は 13 ppm、板端材は 14 ppm、切削屑混合材は 42 ppm を示し、切削屑を用いると水素量が約 3 倍に増加した。溶解時に溶湯処理を行うのみでは微細な異物や水素量は増加傾向にあり、溶解前での酸化物除去や溶湯処理の開発が必要なことが分かった。

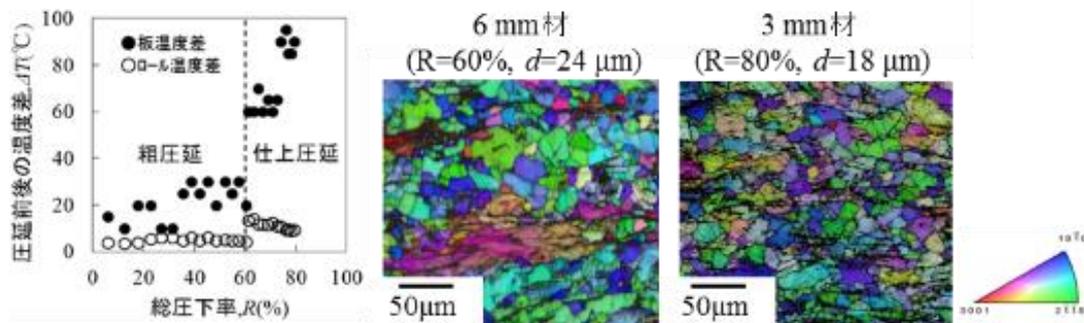


図 3-2.5.7-98 幅 500 mm 材の総圧下率と温度変化の関係と各板厚における IPF マップ

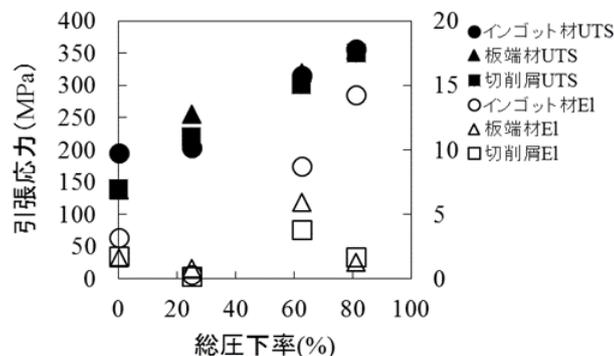


図 3-2.5.7-99 種々の AX81G 合金圧下率における機械的特性

AX81G 合金高強度高延性材の疲労試験、接合特性、耐食性試験は各分室と連携して行った。平面曲げ疲労試験を TIG、FSW 材は応力比 $R=-0.5$ 、MIG 異材接合材（母材：AX81G、溶加材：AZX911）は $R=-1$ で実施した。接合材の余盛りまたはバリを除去した試験の S-N 線図を図 3-2.5.7-100 に示す。TIG 材は $R=0$ と -0.5 が同等の疲労強度を示し、FSW 材は $R=-1$ と -0.5 が同等の疲労強度を示した。どちらも余盛りまたはバリがあると疲労強度は低下し、引張応力作用側で破断した。TIG 材は余盛りがある場合の破断箇所は止端部であり、FSW 材はバリの有無に関係なくツール部で破断する試験片が多く見られた。MIG 材における異材接合は余盛りを除去して試験を行うと低応力における疲労強度が 10^7 回において疲労強度は 62 MPa から 74 MPa に向上した。これは、溶加材に AZX911 を用いたため AX81G（共材接合）と比較してアルミニウム量が 1% 増えたことが溶融部の固溶強化に繋がったと考えられる。

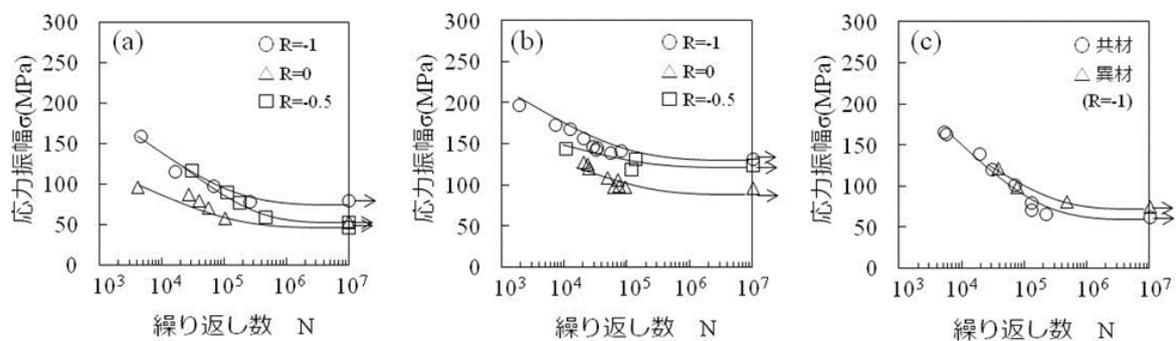


図 3-2.5.7-100 接合材（余盛りまたはバリなし）の S-N 線図 (a) TIG 材、(b) FSW 材、(c) MIG 材： $R=-1$

気密疲労試験構体部材の作製ではゴム継手部に使用される部材を担当し、板厚 6 mm×幅 110 mm×長さ 650 mm の板および構体に沿った曲率を有する曲げ部材と板厚 9 mm×幅 110 mm×長さ 600 mm の板を作製した。板厚 9 mm 材までの厚板化に伴い、開発圧延加工プロセスのパススケジュールを改良したところ耐力 220 MPa、強度 282 MPa、伸び 5%を示し、設計要求耐力を満たすことができた。作製した板材や曲げ部材の端面はゴム継手部に接するため、ゴム切断を防止すべく端面を R3 で加工した。板厚 6 mm 材の一部は R8000 と R400 を有する金型にて温間曲げ加工した。加工温度は 2018 年度までに調査した AX81G 合金の高温引張試験の結果から変形抵抗が低下する 250°Cで行った。R8000 についてはスプリングバック・スプリングゴアの発生を抑制するために R1000 と R8000 の 2 型金型を作製し、250°Cで加工した。作製した部材の一例を図 3-2.5.7-101 に示す。作製した板厚 6 mm 材からは補強板として板厚 6 mm×幅 60 mm×長さ 155 mm の板（四隅を R30 と C5 に切削加工）を切削加工した。



図 3-2.5.7-101 作製した気密疲労試験構体部材

自動車構造部材への適用技術開発では、難燃性を生かしながら張出し試験は室温、深絞り成形は 150°C で成形可能な薄板圧延材の作製技術開発と成形性調査を行った。合金組成は AX81G 合金を基に Al 添加量を希薄化した Mg-3Al-0.7Zn-0.4Ca を対象とし、鋳造材から板厚 1mm まで圧延加工した。図 3-2.5.7-102 に板厚 1 mm までの圧下率ごとの機械的特性を示す。圧延途中で一度熱処理を施すものの、圧下率の上昇に伴い強度は向上し伸びは 6~4.5% を示した。最終圧延後に 450°C で 1 時間の熱処理をした後の平行(RD)および直角(TD)方向の公称応力-ひずみ線図と(0001)集合組織および結晶組織を図 3-2.5.7-103 に示す。耐力は RD、TD 方向で 147 MPa と 120 MPa を示し、引張強さは共に 240 MPa を超えた。伸びは TD 方向で 25% 以上を示した。圧延材の(0001)集合組織強度が 3.4 に対して熱処理後では 1.9 に低下した。圧延材の結晶組織はせん断変形による残留ひずみの影響があったが、熱処理後は 10 μm 以下の等軸微細粒を形成した。圧延加工後に熱処理することで、加工ひずみを開放しながら(0001)集合組織強度を弱く維持することが出来た。目標としていた板材の機械的特性、組織特性を達成することが出来た。圧延材と熱処理材の成形性調査は、張出し試験の評価は破断が起きた際のパンチストローク量を張出し高さ(h)とし、深絞り試験の評価は 10 mm 以上絞れた場合を○、それ未満を×と判定した。パンチ速度 60 mm/min、パンチ R20 で室温張出し試験した後の外観を図 3-2.5.7-104 に示す。圧延材での張出し高さは 6 mm であり、焼きなまし材になると 11 mm まで向上した。パンチ速度は 0.6~600 mm/min としたが、室温における張出し高さに顕著な速度依存性は認められなかった。深絞り成形はパンチ R1 と R3 で実施し、パンチ速度は張り出し試験と同じとした。室温成形は困難であったが、熱処理を行うことで深絞り可能なパンチ速度は 600 mm/min に達し、150°C での深絞り成形も達成することが出来た(表 3-2.5.7-25)。一方、張出し試験では顕著ではない試験温度、速度依存性が深絞り加工で現れた。深絞り試験はパンチ R 部に引張側と圧縮側におけるひずみの不均一性が発生し室温では早期に割れが発生したことから、加工条件の影響が考えられる。室温成形を可能とするには、集合組織強度の低下と微細組織を形成することが有効であることが分かった。

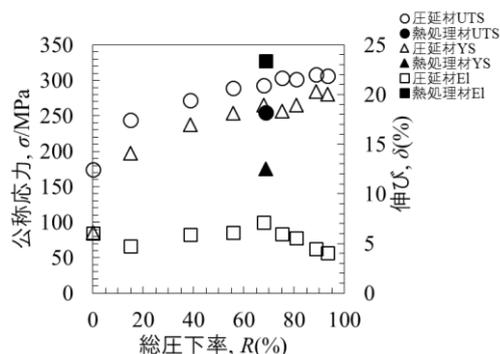


図 3-2.5.7-102 各圧下率における機械的特性

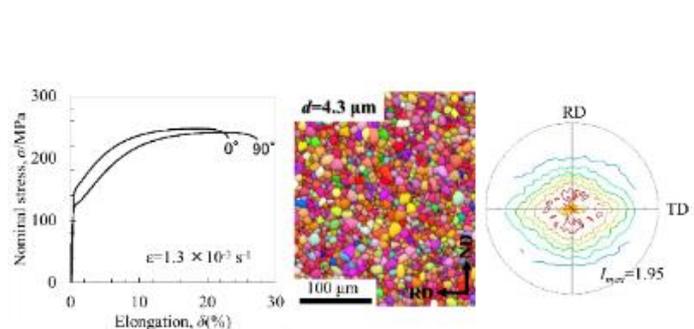


図 3-2.5.7-103 板厚 1mm 材の機械的特性と EBSD 方位解析

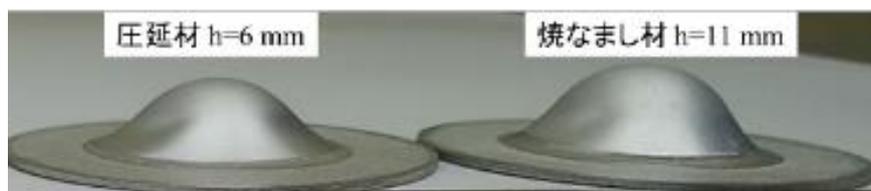


図 3-2.5.7-104 希薄合金のパンチ速度 60 mm/min における室温張出し試験片外観

表 3-2.5.7-25 深絞り試験結果 (パンチ R3)

	圧延材				熱処理材			
	0.6 mm/min	6 mm/min	60 mm/min	600 mm/min	0.6 mm/min	6 mm/min	60 mm/min	600 mm/min
RT	×	×	×	×	×	×	×	×
100°C	×	×	×	×	○	×	×	×
150°C	○	○	×	×	○	○	○	○
200°C	○	○	○	○	○	○	○	○

③-6 高成形性マグネシウム材 (薄板) の開発【伊丹分室：住友電気工業】

③-6-1 自動車部材への適用に向けた FS (テーマ 34)

テーマ 17 で開発した高強度難燃性マグネシウム材 (AMX801, AZX811) をベースとして Mg-Al-Zn-Ca-Mn 系合金圧延材の成形メカニズム調査および成形性の評価を最委託先である長岡技術科学大学と共同で実施した。長岡技科大では、後述の通りマグネシウム合金の成形性に及ぼす基礎検討をもとに成形性に優れた合金組成の絞り込みを行った。

伊丹分室では、AZX811 (AX81S) の成形性評価を実施した。成形性指標としては、200°C および 250°C での平面領域での限界張出高さ (LDH₀) の評価を行った。その結果を図 3-2.5.7-105 に示す。

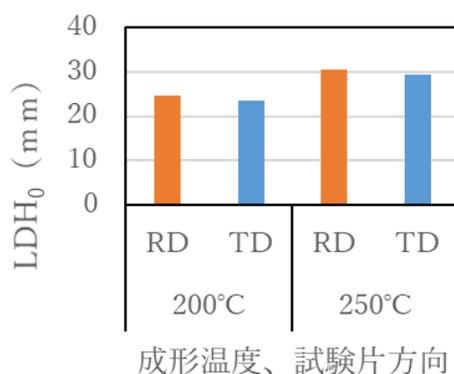


図 3-2.5.7-105 AZX811 圧延材の 200°C と 250°C における限界張出高さ

自動車用部材に対する要求としてコスト面から室温での成形性が重要となる。一般的に添加 Al 量を減少させることで成形性は向上するが、一方で耐食性が劣化することが知られている。伊丹分室では耐食性と成形性が両立する Al 量を調査するため Al 量が 0.5, 1, 2, 3, 5, 6 および 7mass% の圧延材を作製し耐食性調査のため平塚分室 (日本パーカライジング社) に提供した。

③-6-2 自動車部材用薄板開発 (テーマ 35)

③-6-2-1 シミュレーションの目的

自動車部材開発に先立ち、マグネシウム合金板材を用いて歩行者頭部保護性能を満足しながら軽量化を図ることができるのかという懸念がありシミュレーションを実施した。このようなシミュレーションの経験が豊富なコベルコ科研にてアルミ製フードを使用している市販車のフロントフードをモデルとして頭部傷害値 (HIC) および衝突特性を計算することで、アルミ製フードと同等の衝突性能を得るためのマグネシウム合金板材の板厚を求めた。この結果から、マグネシウム合金板材に置換しても十分な軽量化が図れるかどうかを検証した。なお、通常シミュレーションはフロントフード全面に亘って行うが本プロジェクトでは時間と予算の制約からフード中央部 1 か所に衝突した場合のみ実施した。また、計算パラメータは自動車メーカーのアドバイスを得て設定した。

③-6-2-2 シミュレーション条件

解析モデルに用いたアウターとインナー形状およびその諸元を図 3-2.5.7-106 に示す。これら形状およびリーンフォース、ストライカーブラケット、フードロック位置および材質はリバーズエンジニアリングによりデータを得た。

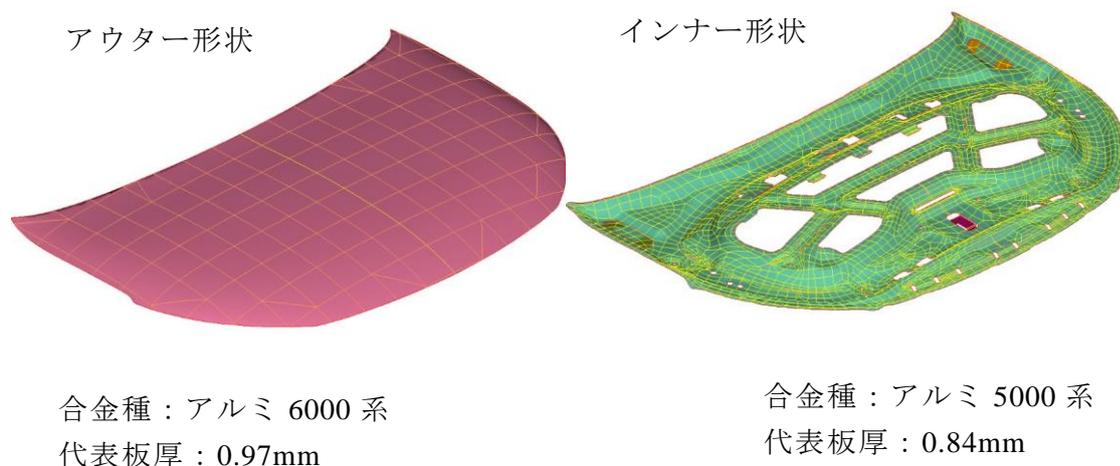


図 3-2.5.7-106 シミュレーションに用いたフロントフードのモデル形状および材料データ

計算の前提となるインパクタの重量は 3.5kg (子供の頭相当)、衝突速度は 41km/hr、インパクタ入力角度は 50deg とした。これらの条件は、(独法) 自動車事故対策機構の試験方法 (JNCAP) に準じたものである。フードと剛体壁間の距離は実車を測定して得られた 140mm で計算したが、参考までに国産車の厳しい条件である 105mm でも計算した。インパクタ、フード、剛体壁の関係を図 3-2.5.7-107 に示す。

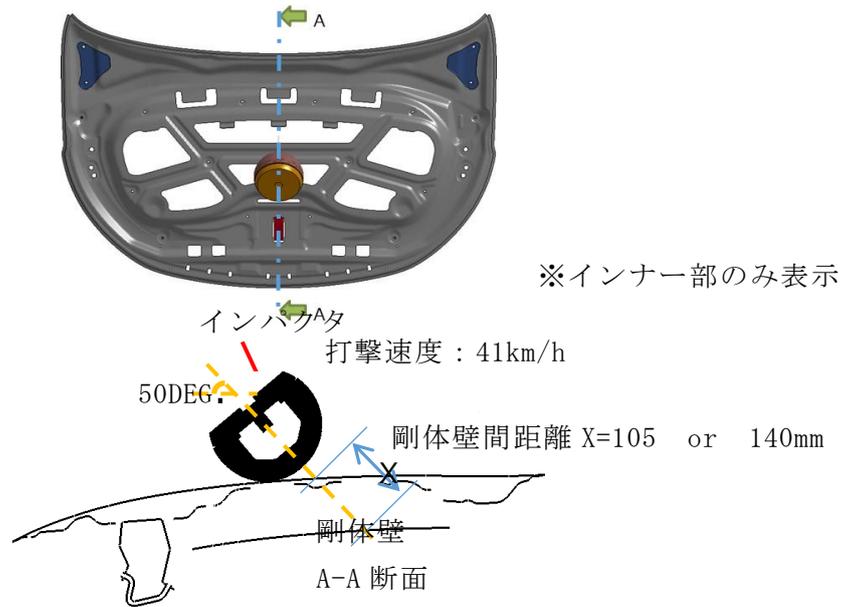


図 3-2.5.7-107 インパクト、フード、剛体壁の位置関係

これら諸元を用いてシミュレーションを行い、歩行者保護性能の指標となる頭部傷害値（HIC）、衝撃波形の初期ピーク値、最大変位を求めてアルミニウム合金板とマグネシウム合金板との比較を行った。

③-6-2-3 シミュレーション結果

シミュレーション結果の一例を図 3-2.5.7-108 に示すような加速度-時間および加速度-変位のグラフで示される。HIC 値は式 $HIC = \left\{ \left[\frac{1}{t_2 - t_1} \int_{t_1}^{t_2} A_R dt \right]^2 \right\}$ （ t ：時間（s）、 A_R ：合成加速度）から求められる。

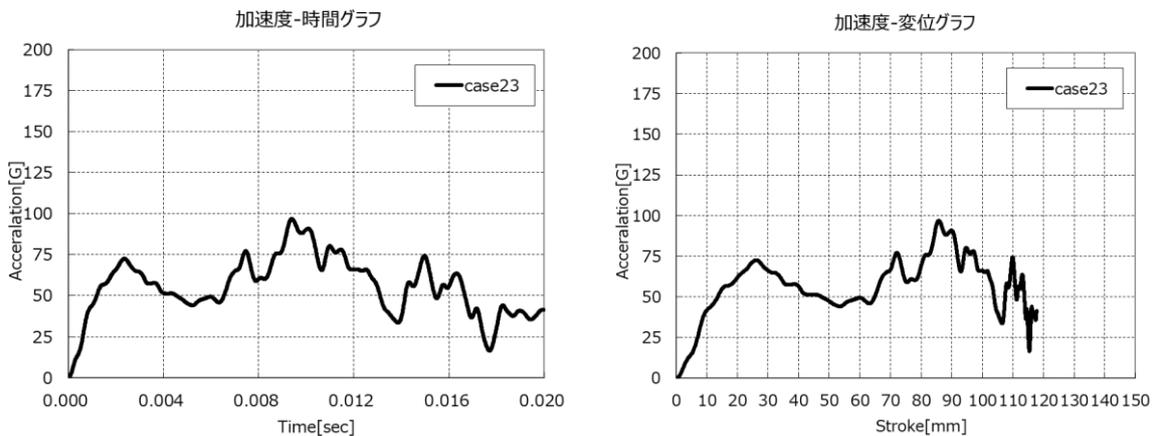


図 3-2.5.7-108 Mg/Al 板厚比が 1.3 倍の時の加速度-時間、加速度-変位グラフ（剛体間距離は 140mm）

このようにして板厚比を変えて計算した結果をまとめて下表 3-2.5.7-26 に示す。

表 3-2.5.7-26 剛体壁間距離 140mm の場合での計算結果

		Al に対する板厚比 (アウター/インナー)	実際の板厚 mm (アウター/インナー)	HIC	最大変位 mm	初期ピーク値 G	軽量化率 %
Al (C4カクタスフード)		1/1	0.97/0.84	319	130	73	-
Mg	初期ピークがほぼ同じ例	1.33/1.33	1.290/1.117	459	117.8	72	10
	HICがAlより小さい例	1.33/0.9	1.290/0.756	254	139.1	63	23
	最大変位がAlより小さい例	1.16/1.16	1.125/0.974	363	129.2	64	22
		1.2/1.2	1.164/1.00	383	127	68	19

HIC 値、最大変位は小さい方が望ましく、初期ピークはアルミニウムに近い値が望ましい。板厚比によってアルミニウムと同等の加速度-時間波形を得られることが理想的であるが、計算回数にも制約があり、同等の波形となる組み合わせを得ることはできなかった。インナーとアウターの板厚比を変えた組み合わせによって HIC 値、最大変位、初期ピーク値をアルミに近づけることが可能であることが表 3-2.5.7-26 からわかる。アルミニウムの板厚に対してアウター、インナーともに 1.2 倍の板厚とすることで HIC 値は大きくなるが (650 以下でレベル 5 は満足する)、最大変位、初期ピーク値はアルミニウムとほぼ同等となる。この時マグネシウム製フードはアルミニウム製フードに対して重量は 81% にまで軽量化される。

次に剛体壁間が短いセダンタイプ国産車を想定して壁間距離 105mm の場合で計算を実施した。その結果を表 3-2.5.7-27 に示す。この場合はアルミニウムに対する板厚比がアウター、インナーともに 1.3 倍の時にアルミニウムと同等の HIC 値、最大変位を得ることができる。この時マグネシウム製フードはアルミニウムフードに対して重量は 88% にまで軽量化される。

表 3-2.5.7-27 剛体間距離 105mm の場合での計算結果

		Al に対する板厚比 (アウター/インナー)	実際の板厚 mm (アウター/インナー)	初期ピーク値 G	HIC	最大変位 mm	軽量化率 %
Al (比較フード)		No.2 1/1	0.97/0.84	73	575	118.1	-
Mg		No.7 1.3/1.3	1.261/1.092	67	573	116.7	12

上記の通り、中央部 1 点のみの計算結果ではあるが、フロントフードの素材をアルミニウム合金からマグネシウム合金に変えることによって歩行者頭部保護性能を満足しながら軽量化を実現する可能性を確認できた。なお、今回は予算と期間の制約がありアルミニウム合金で作製されたフロントフード形状で計算したものであり、アルミニウム合金の特性で最適化された形状であると考えられる。マグネシウム合金の特性に適した形状設計を行えば更なる軽量化が実現できるものと考えられる。

③-6-2-3 高成形性マグネシウム合金板材の適用技術開発

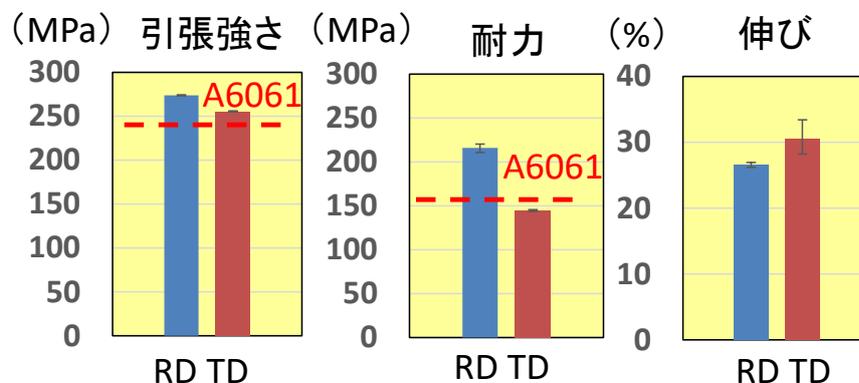
③-6-2-3-1 高成形性マグネシウム合金板材の開発

高成形性マグネシウム合金板材の開発目標として、アルミ A6061 と同等の強度特性をもつと同時に室温成形が可能な板材の開発に取り組んだ。マグネシウム合金板材の成形性向上には合金組成と圧延条件の最適化による集合組織制御が必要であり、それら基礎検討は長岡技術科学大学の協力を得て実施した。

マグネシウム合金では一般的に強度と成形性はトレードオフの関係にあり両立は困難である。長岡技術科学大学と物質・材料研究機構（NIMS）で実施された基礎検討から Mg-1.2mass%Al-0.8mass%Zn-0.5mass%Ca-0.4mass%Mn が高い強度と優れた成形性の両立を実現できる合金組成として見出された。この組成の合金を伊丹分室が持つ急速凝固鋳造技術を用いて板材を鋳造し更に圧延を施した。伊丹分室では将来の量産化を見据えて量産機での試作を行った。

③-6-2-3-2 高成形性マグネシウム合金板材の引張特性

Mg-1.2mass%Al-0.8mass%Zn-0.5mass%Ca-0.4mass%Mn（AZXM1100）板材の引張特性を図 3-2.5.7-109 に示す。AZXM1100 合金板材は熱処理により強度が向上する時効硬化型合金であることがわかる。強度は目標とするアルミ A6061 と同等もしくは同等以上が得られているが、圧延方向と圧延垂直方向で強度、特に耐力に異方性が存在していることが将来の実用化において課題となる可能性はある。



※RD：圧延方向、TD：圧延垂直方向

図 3-2.5.7-109 開発合金圧延材の引張特性

③-6-2-3-3 高成形性マグネシウム合金板材の成形特性

室温および 150°Cで開発合金の成形性を評価した FLD（成形限界線図）をそれぞれ図 3-2.5.7-110、図 3-2.5.7-111 に示す。

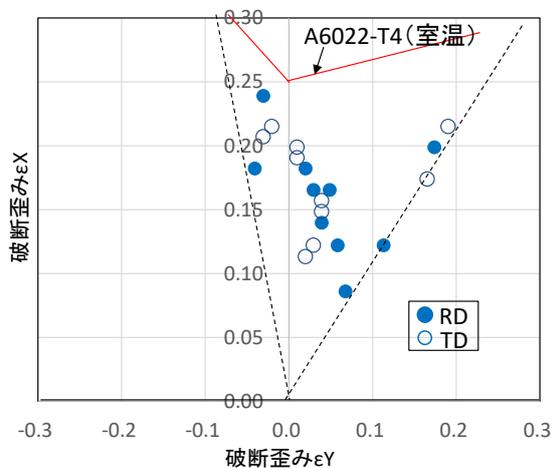


図 3-2.5.7-110 開発合金の室温での成形限界線図

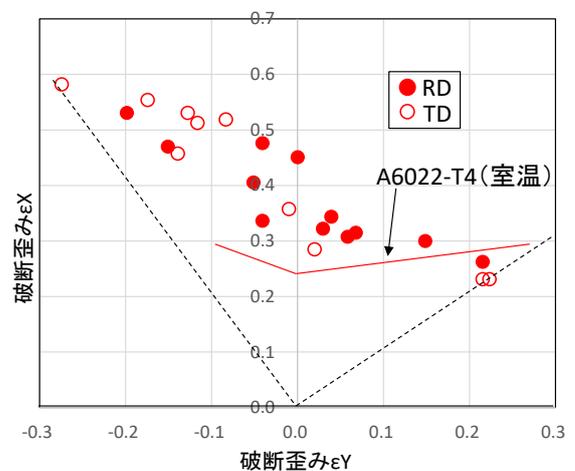
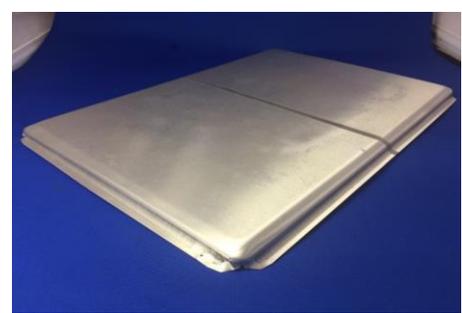
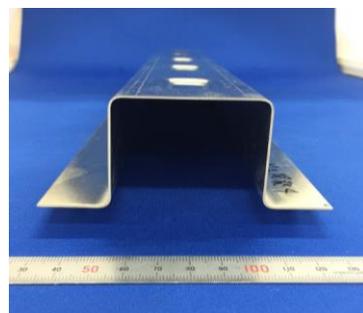


図 3-2.5.7-111 開発合金の 150°Cでの成形限界線図

開発合金の室温での成形性は図 3-2.5.7-110 に示す通りアルミ合金（A6022）には及ばず低い結果となったが、図 3-2.5.7-112 に示す通り簡単な形状であれば室温でも十分成形可能である。さらに温度を 150°Cまで上げると図 3-2.5.7-111 に示す通り



HAT部品形状（曲げ、張出し性の確認）



PC管体形状（曲げ、絞り性の確認）

図 3-2.5.7-112 開発合金板材の実部品金型での室温成形試作結果

A6022（室温）と同等以上の成形性が得られた。従来材では 200°C以上の高温での成形が必要であったが、成形温度を 150°Cまで下げられることで潤滑油選択の幅が広がることや熱膨張の影響が小さくなることでメリットは大きい。

③-6-2-3-3 高成形性マグネシウム合金板材の実用化検討

前述の通り目標とする 6000 系アルミニウム合金板材に匹敵する強度でかつ高

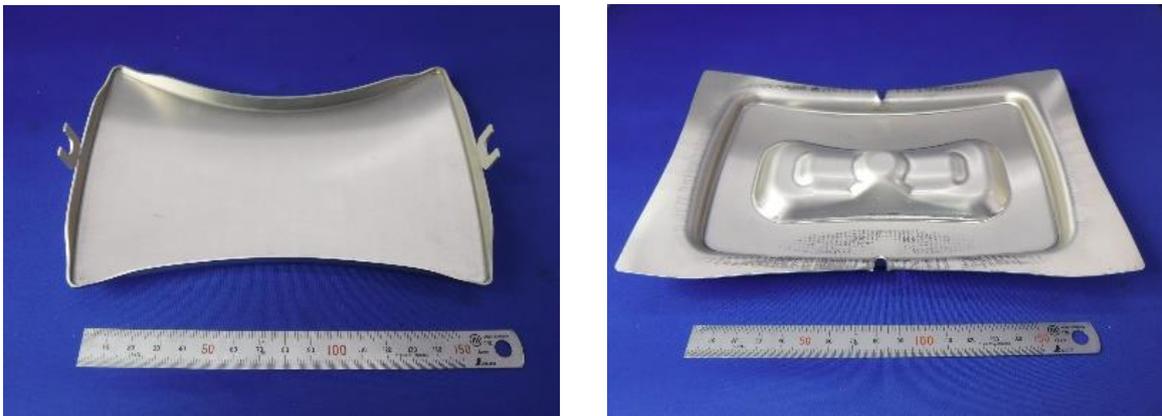


図 3-2.5.7-113 開発合金板材のミニチュアフード模擬金型での 150℃成形試作結果

い成形を持つ合金板材の開発に成功した。開発合金の実用化検討としてフロントフードの成形要素が盛り込まれたミニチュア形状での基礎トライ成形を実施した。図 3-2.5.7-113 に示す通り、アウター、インナーそれぞれの形状を模擬した小型形状で成形を行い 150℃で成形可能であることが確認できた。

このようにミニチュア版で成形性が確認できたことから本プロジェクトの計画通り 1/1 スケールでの試作に着手した。1/1 スケールを複数枚作製するためには板サイズ、枚数の点で試作機では処理できず量産機を用いて板を作製する必要があることから量産機での板製造を実施した。数回の条件出しを経て図 3-2.5.7-114 に示す開発合金板材のコイルを量産機で作製することができた。この板材を FSW で接合した後、1/1 スケールのインナー用素材を作製しプレス試作用に提供した。

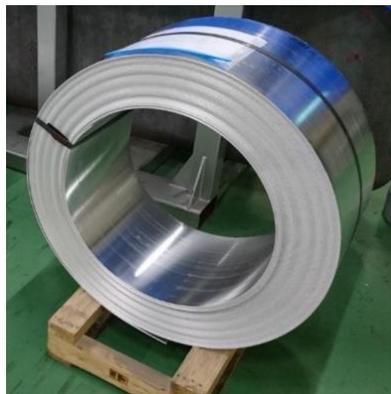


図 3-2.5.7-114 開発合金鑄造コイル

③-7 Mg 合金の組織制御、成形加工中の変形メカニズム解明【住友電気工業(2018～2020 年度)、産業技術総合研究所(2021 年度)、再委託：長岡技術科学大学（鎌土、中田）】

2018 年度は、低温での成形性や機械特性に及ぼす Al や Zn 添加量の影響を調べた。Zn を含まない Mg-Al-Ca-Mn 合金圧延材は、強い底面集合組織を形成するため、低温での成形性は低い。Mg-Al-Ca-Mn 合金に Zn を添加すると、底面集合組織が弱化するために低温での成形性は改善する。また、強度・延性ともに Zn を添加しない場合と比較して向上する。Al 無添加の Mg-Zn-Ca-Mn 合金圧延材は、Al を含む圧延材よりも低温での成形性は優れている。但し、Mg-Zn-Ca-Mn 合金圧延材は結晶組織が粗大化しやすいため、構造部材として必要な強度特性（引張強さ $\geq 230\text{MPa}$ ）を得るのが困難であることが判明した。

2019 年度は、優れた強度特性と成形性を兼ね備えたマグネシウム合金板材の開発を目的として、異なる加工熱処理条件にて Mg-xZn-0.3Ca-0.1Al-0.2Mn(mass%, x=1, 2)合金圧延板材を作製し、板材の引張特性や室温張出し成形性、結晶粒径、集合組織を調べた。Zn 添加量が増加しても、結晶粒径や集合組織、引張特性、時効硬化特性に顕著な差異は認められなかったものの、2%の Zn 添加により、エリクセン値にして 8mm の優れた室温張出し成形性を付与できることがわかった。また、低温で均質化処理を行っても、圧延板材の室温張出し成形性や結晶粒径、集合組織に変化は認められなかったことから、Mg-Zn-Ca-Al-Mn 合金は、安価に製造可能な自動車パネル材の候補材料と言える。

2020 年度は、2019 年度に提案した Mg-Zn-Ca 基合金圧延材の高性能化を目的として、Mg-2Zn-0.5Ca(mass%, ZX21)合金圧延材の微細組織や特性に及ぼす微量 Al および Mn 添加の影響を調べた。表 3-2.5.7-28 に、ZX21 合金および Mg-2Zn-0.5Ca-0.2Al-0.6Mn (ZX2101)合金圧延材の圧延方向の引張強さ、0.2 %耐力および破断伸びと室温エリクセン値をまとめて示す。微量な Al および Mn 添加によって、強度特性や延性は大幅に向上することがわかった。また、微量元素添加は室温張出し成形性の改善にも有効で、ZXAM2101 合金圧延材は 9.3 mm の優れたエリクセン値を示すこともわかった。

表 3-2.5.7-28 ZX21 および ZXAM2101 合金圧延材の引張強さ(UTS)、0.2 %耐力(0.2%PS)および破断伸び(EF)とエリクセン値(I.E. value)のまとめ。引張応力負荷方向は圧延方向に平行。

Alloy	UTS	0.2%PS	EF	I.E. value
ZX21	212 MPa	109 MPa	18.8 %	7.3 mm
ZXAM2101	264 MPa	176 MPa	24.2 %	9.3 mm

微量な Al および Mn 添加が Mg-Zn-Ca 基合金圧延材の特性改善に有効であった理由を検討するために、電子線後方散乱回折法を利用して、圧延材の組織因子および張出し成形性試験中の組織変化を調べた。図 3-2.5.7-115 に、ZX21 および ZXAM2101

合金圧延材の逆極点図マップと(0001)極点図を示す。ZX21 合金は平均粒径 69 μm の粗大な結晶組織を示すものの、Al と Mn 添加によって平均結晶粒径は 10 μm 以下にまで微細化する。微量元素添加に伴う集合組織の変化はなく、ZX21 および ZXAM2101 合金ともに、(0001)面が板幅方向に大きく傾斜した弱い底面集合組織を形成したことから、Al と Mn 添加による高強度・高延性化は、結晶粒の微細化によるものと考えられる。また、図 3-2.5.7-116 に、パンチストローク 4 mm でエリクセン試験を中断した試料の逆極点図マップ、(0001)極点図および双晶粒界の長さを示す。ZX21 合金および ZXAM2101 合金ともに、(0001)極の板面からの傾きは小さくなっていることから、主に底面すべりによって変形したことがわかる。なお、結晶粒内には双晶の形成が認められるが、ZXAM2101 合金中では双晶の形成が抑制されていた。以上の組織観察結果から、Al および Mn の微量添加による Mg-Zn-Ca 基合金の高成形性化理由は、結晶粒の微細化により破壊の起点やき裂の伝播経路になる双晶の形成が抑制されたためと考えられる。

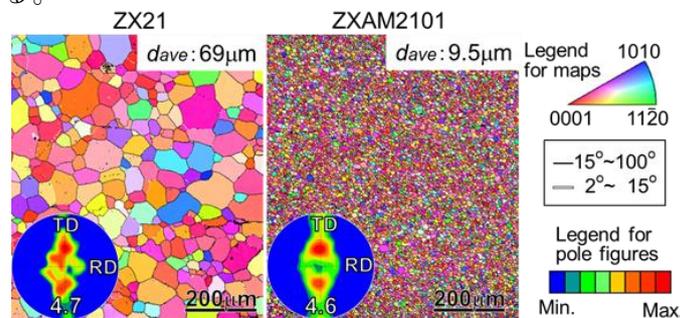


図 3-2.5.7-115 ZX21 および ZXAM2101 合金圧延材の逆極点図マップと(0001)極点図。図中の RD および TD は圧延方向および板幅方向。

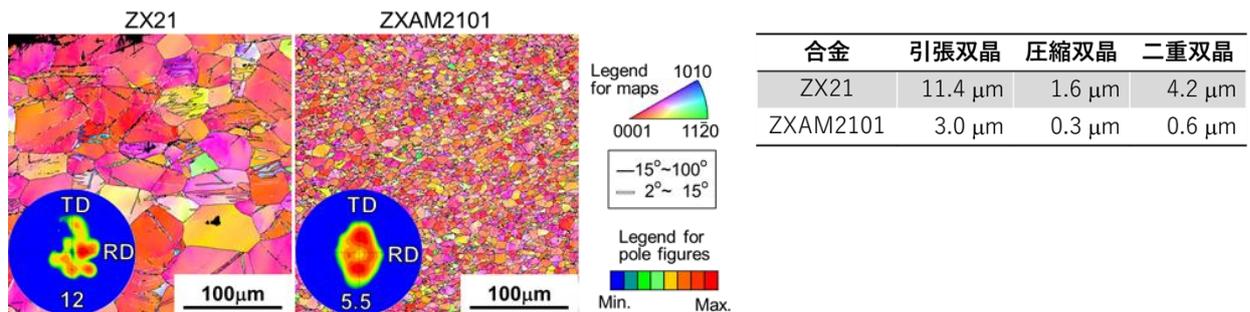


図 3-2.5.7-116 ZX21 および ZXAM2101 合金圧延材の逆極点図マップ、(0001)極点図および双晶粒界の長さ。図中の RD および TD は圧延方向および板幅方向。

2021 年度は、高成形性 Mg-2Zn-0.5Ca-0.2Al-0.6Mn 合金 (mass%、以下 ZXAM2101 合金と称す) のプロセス最適化を目的として、圧延材の組織と特性に及ぼす圧延条件の影響を調べた。試料温度を 200 $^{\circ}\text{C}$ ~450 $^{\circ}\text{C}$ まで変化させ、ロール温度 200 $^{\circ}\text{C}$ および圧下率 30%/pass にて圧延加工を行い、380 $^{\circ}\text{C}$ で 1h の熱処理を施した後、引張試験とエリクセン試験を行った。図 3-2.5.7-117 に、試料温度 200 $^{\circ}\text{C}$ 、250 $^{\circ}\text{C}$ 、300 $^{\circ}\text{C}$ 、400 $^{\circ}\text{C}$ および 450 $^{\circ}\text{C}$ の圧延加工により作製した板材の引張応力-ひずみ曲線およびエリクセン値を示す。試料温度 250 $^{\circ}\text{C}$ ~450 $^{\circ}\text{C}$ の範囲で、良好な強度と延性が得られた。また、試

料温度が 400°C の場合に最も高いエリクセン値が得られた。試料温度 200°C でも、8mm を超えるエリクセン値は得られるが、TD の破断伸びは 20% 未満であった。

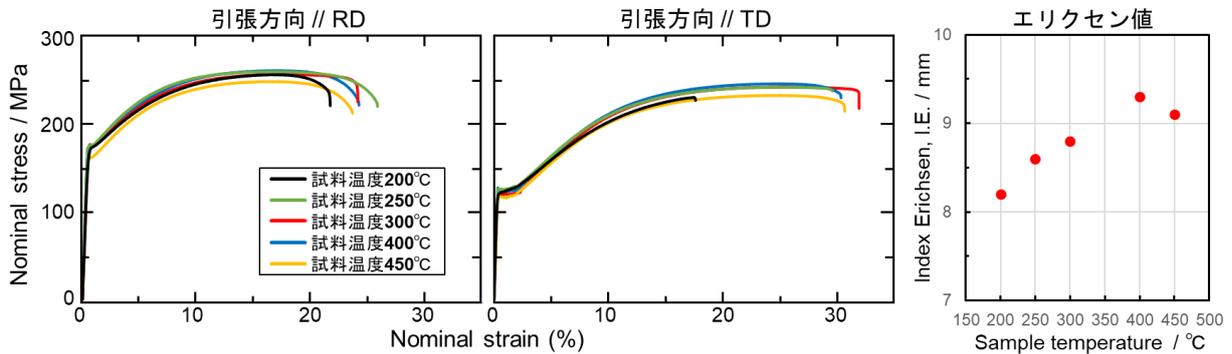


図 3-2.5.7-117 試料温度 200°C、250°C、300°C、400°C および 450°C の圧延加工により作製した板材の引張応力-ひずみ曲線およびエリクセン値のまとめ。

図 3-2.5.7-118 に、試料温度 200°C、250°C、300°C、400°C および 450°C の圧延加工により作製した板材の逆極点図マップと(0001)極点図を示す。逆極点図マップ中の d_{ave} は平均結晶粒径を表す。試料温度が高くなるにつれて、(0001)面の TD への傾斜が小さくなるのがわかった。なお、試料温度 400°C で作製した板材は、(0001)面が板面に平行に配向した成分が最も少なく、優れたエリクセン値の発現に寄与したと考えられる。また、試料温度が 200°C の場合、白矢印にて示したように粗大化した結晶粒が存在し、不均一な組織を形成した。これらの粗大結晶粒内では、(0001)面が TD に大きく傾斜しており、TD 引張時には双晶変形が生じやすく、TD の低延性の原因と考えられる。

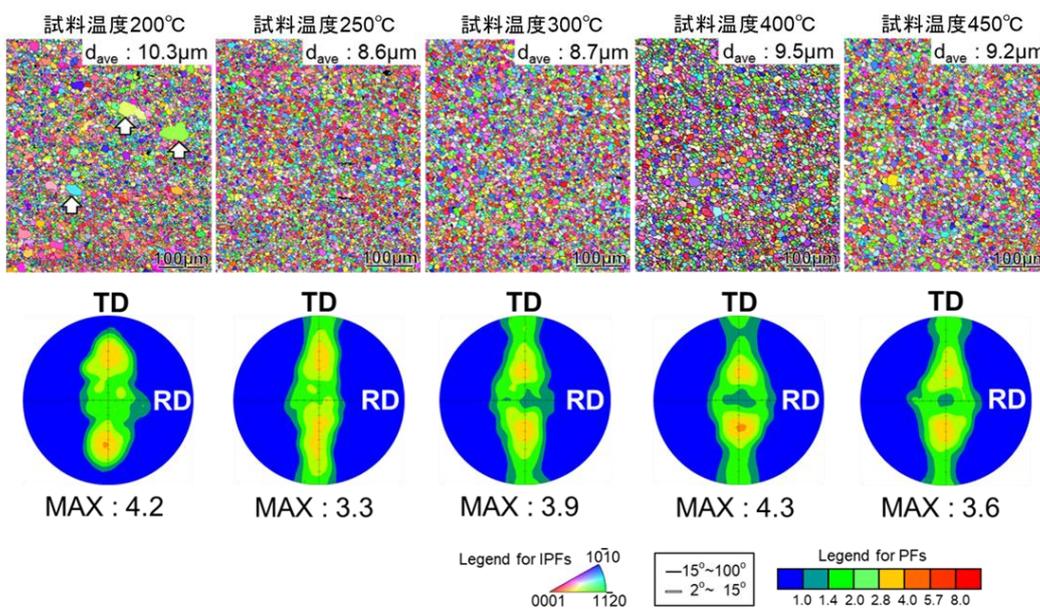


図 3-2.5.7-118 試料温度 200°C、250°C、300°C、400°C および 450°C の圧延加工により作製した板材の逆極点図マップと(0001)極点図。

③-8 高強度難燃性マグネシウム合金の押出し成形技術開発【長洲分室：不二ライトメタル】

2018年度は、開発合金 AX92 を用いて簡易モックアップ構体の床材の押出技術開発を行い、長さ 5.5m の押出材を取得した（図 3-2.5.7-119）。当該形材は肉厚が均一であり、左右対称形状であるためメタルフローは比較的制御しやすいが、押出費が 90 と高い。さらに AX92 は押出時の最大荷重は非常に高い数値が記録された。これは当分室が所有する最大の押出機のほぼ 100% の出力を使用しており、安定な押出条件であるとは言い難い。そこで、押出荷重を低減する方策の検討を行った。①押出（ビレット）温度、②ビレット長さ、③押出速度、④ダイス設計などのパラメータを変化させ、押出荷重を調査した結果、①押出（ビレット）温度に関しては、高温になるほど荷重は低下する傾向にあるが、形材に熔融割れが生じる領域まで高めても押出荷重が劇的に低下することはない。また、ビレット温度が高温になると押出速度のわずかな上振れによる加工発熱の影響と思われる肌荒れが確認され、押出荷重の点から押出に必要なビレット温度が AZX611 より高い一方で、高い温度に設定することも難しい、生産実機級では適正温度レンジが狭い合金であることが分かった。②ビレット長さに関しては、押出荷重に与える影響が大きく、ビレット長さと押出荷重は正比例の関係にある。しかし、より長尺の形材を取得するためにはビレット長さも長くする必要があり、コストに影響する部分でもあるため荷重との関係だけでビレット長さを調整することはできない。現在はビレットの基準長さを 400mm に設定している。数十 mm 単位での長さ調整でも荷重に影響を与えると考えられるが、設備仕様の関係からビレット長さの微調整には慎重を期する必要がある。③押出速度に関しては、今回調査した範囲では押出荷重に与える影響は小さかった。押出速度はコストに大きく影響するが、前述のように、高温域で押出速度による加工発熱が加わると熔融割れを起こすため、押出速度をより上げていくためには押出温度を下げる必要があると考えられる。しかし、押出温度を下げると、特に高 Al 添加型のマグネシウム合金では押出荷重が大きくなりやすいため、別の手法で押出荷重の低減が必要である。④ダイス設計は押出荷重に与える影響が非常に大きく、種々の検討により押出荷重を低減する設計指針が得られた。一方で、当該設計指針を基に作製されたダイスは押出試行回数が少ないため、ダイス寿命の検証が不足している。これはコストに関わる項目であるため、引き続きデータ取得を行っていく必要がある。

また、機密疲労構体では横梁材の長さを 2017 年度の約 3 倍にする必要があるため、ビレット長さを基準より 100mm 伸ばし 500mm のビレットを用いて押出試験を実施した。その結果、3.3m の形材を取得したが、図 3-2.5.7-120 に示すように長尺方向に向かって曲がりが出ており、直進性向上のためのさらなる作りこみが必要となった。

2019 年度は、これまでに開発した高強度合金 AX92 の押出に際し、設備負荷の大きい押出荷重を下げるためのダイス形状の改良を実施した。その結果、2018 年度と比較して押出荷重を約 70%まで低減する成果が得られた。それともなつて押出温度の低温化、押出速度の高速化を実現することができた。これらの条件を用いて、気密疲労構体の製作に必要な長さ 5m の床部材 2 種類および長さ 3.5m の横梁材となる形材を製造することができた。各部材は長尺な形材であるが曲がりや反りといった形状不良を改善する矯正は必要なく、安定した形状で取得することができた。これら形材の断面形状を図 3-2.5.7.121(a)~(c)に示す。



図 3-2.5.7-121 AX92 押出形材の断面形状

2020 年度は、これまでに開発した高強度合金 AX92 を用いて連結器取付部材の製作を試みた。その結果、図 3-2.5.7-122 に示す部材が得られ、押出方向（X 方向）に対して Y 方向の曲がり、および Z 方向の反りが確認された。そこで、これを加熱し荷重をかけることによって形状の矯正を図ったところ、反りは改善が見られたが、曲がりを改善することは困難だった。これは形材形状によるもので、Z 方向には荷重が全体に均等であるのに対し、Y 方向は偏りがあるためと考えられた。この製造プロセスの適正化が課題となった。

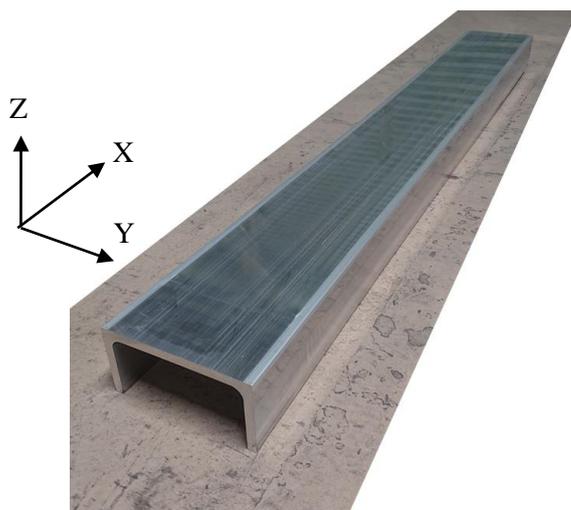


図 3-2.5.7-122 作製した連結器取付部材

2021 年度は、新幹線試験車両を構成する部材のうち、JIS H4204「マグネシウム合金押出形材」を満足する精度を有する床部材用の AX92 合金押出形材の作製

を試みた。その結果、**図 3-2.5.7-123** に示す部材が得られ、押出方向（X 方向）に対して Y 方向の曲がり、および Z 方向の反りが確認された。そこで、2020 年度に得られたデータを参考に、形材を加熱して荷重をかける方法によって形状の矯正を実施し、床パネルの作製に用いた。

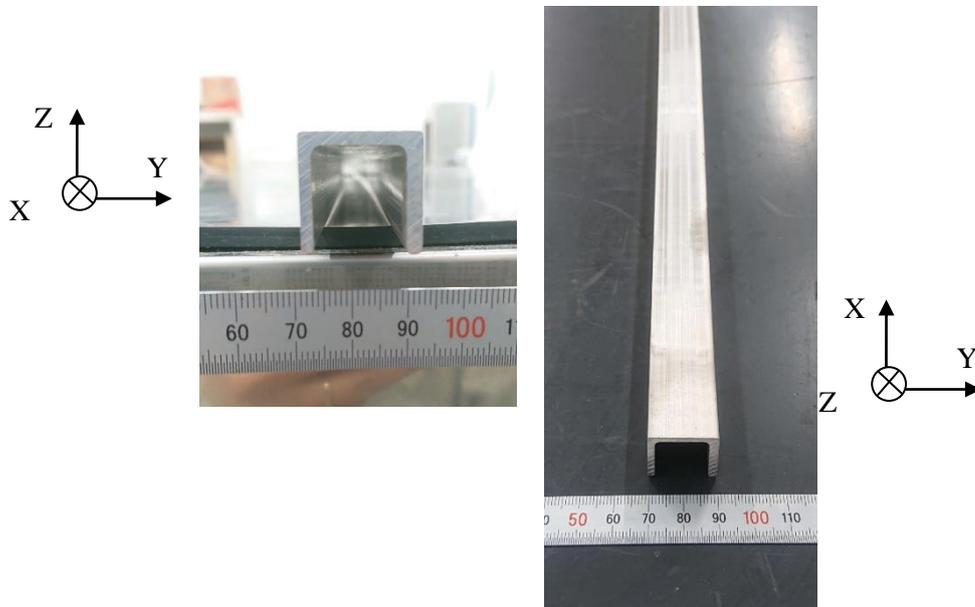


図 3-2.5.7-123 試験車両用の客室床パネルに使用した AX92 補強材
(左) 形材断面外観、(右) 形材外観

一方、自動車用合金開発に関して 2019 年度は、自動車構造部材向けにチューニングした合金組成を持つビレットの製造条件を調査するため、3 合金の鋳造ビレットを作製した。その結果、これら 3 種類のチューニング合金は AX92 合金の最適条件を応用することによって最適化できることの指針を得た。このビレットを押し比 5、ダイス温度 350°C、ラム速度 0.1mm/s の条件で押し出しサンプルを採取して引張試験を行った結果、AX92 合金よりも耐力を向上させることに成功し、目標値の一つである耐力 270MPa を達成したことが明らかとなった。しかしながら、伸びは目標値 10% に対して実測値は 1% であるため、耐力を維持したまま伸びを向上させることを来年度の課題として取り組む。また、この合金を適用する自動車構造部材は中空部材であることから、高速車両構体用部材と比較して非常に大きな押し出し荷重となることが推測される。したがって、これまでに取得したデータを元にダイスを設計および押し出し条件を調整することによって、当該製品を取得することを 2020 年度の課題とした。

2020 年度は、自動車構造部材向けにチューニングした 7 種類の合金組成を持つビレットを株式会社戸畑製作所が作製し、当社にて押し比 5、ダイス温度 250°C、ラム速度 0.1mm/s の条件で押し出しサンプルを作製した。このサンプルを用いて引張試験を行った結果、**図 3-2.5.7-124** に示す通り合金⑥において目標値である耐力 270MPa、伸び 10% を達成した。2021 年度の課題として、この合金を用いて自動車構造部材であるドアビーム部材を押し出しによって作製することとした。

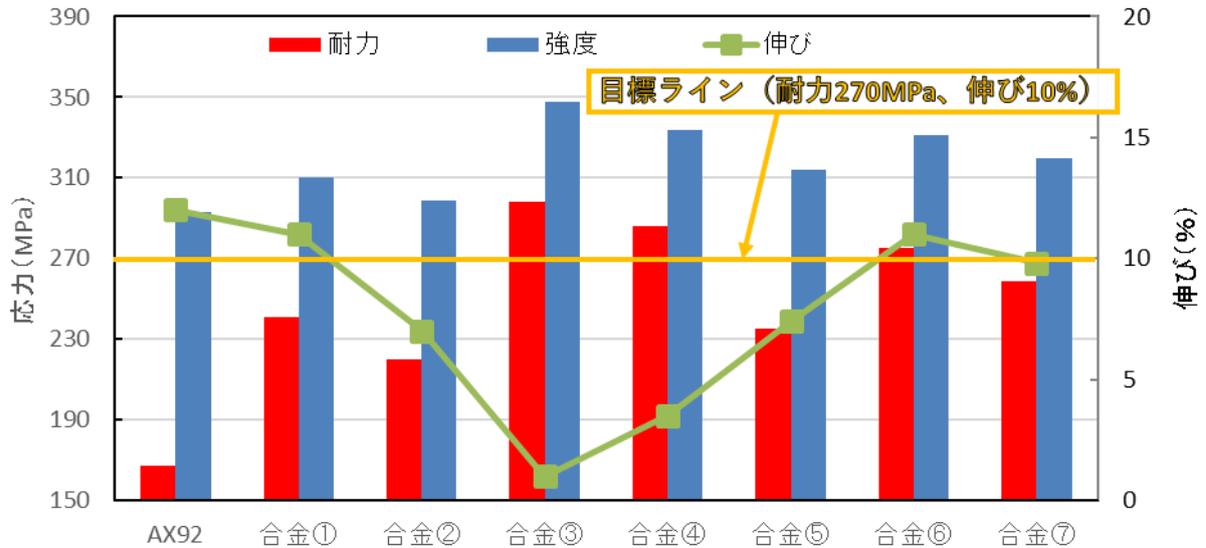


図 3-2.5.7.124 チューニング合金の引張試験結果

2021年度は、自動車構造部材向けのドアビーム型材の開発に関して2020年度に得られたチューニング合金（耐力270MPa以上、伸び10%以上）を用いて本部材の試作を行い、図3-2.5.7-125に示す部材が得られた。汎用合金であるAZ31合金との押出条件を比較することにより、生産実機を用いて本合金の型材を量産する際の押出条件の指針を得た。



図 3-2.5.7.125 押出加工によって作製したドアビーム型材
(左) 型材断面外観、(右) 型材外観

以上のことから、高強度難燃性マグネシウム合金の押出成形技術の開発を行い、JIS H4204「マグネシウム合金押出型材」を満足する精度を有する押出型材を作製できた。また、自動車構造部材向けのドアビーム型材について、生産実機による量産性を考慮した押出技術開発を行い、押出条件の適正化を行うことができた。

③-9 高強度難燃性マグネシウム合金ビレット製造技術開発【長洲分室、再委託：戸畑製作所】

2018 年度は、本研究では、既存の難燃性マグネシウム合金の中でも、高強度合金である、高濃度のアルミニウムを添加した開発合金 AX92 (Mg-9mass%Al-2mass%Ca-0.7mass%Zn-0.3mass%Mn、以下 mass%を%と表記) 合金について、高速車両などの輸送機器分野における適用を目指すため、長尺かつ押出加工に好適な均一組織を有する 7 及び 12 インチの生産実機級のビレットを製造するための溶解・ casting 技術について、生産実機を用いた製造技術の作り込みを行うことを目的としている。そこで AX92 合金ビレットの製造プロセスにおいて機械攪拌を取り入れて合金組織に与える影響を調査した。ビレット製作時には本事業により 2014 年度に導入した発光分析装置 (島津製作所社製「PDA-7000」) を用いて①合金組成を確認しながら行った。合金組成を確認した後、2018 年度に導入した攪拌機に攪拌棒をセットし、溶湯を攪拌して、冷却することによってビレットを製作した。製作したビレットを 2016 年度に導入した②熱処理炉 (三共社製「SBH-600」) において各種熱処理に供した。製作したビレットおよび熱処理材は③光学顕微鏡 (オリンパス社製「GX41」) による組織観察を実施することで、化合物層および結晶粒径に及ぼす影響について評価を行った。

表 3-2.5.7-29 に①合金組成を、図 3-2.5.7-126 に③光学顕微鏡による各種製造プロセスにおける AX92 合金ビレット casting 材のマイクロ組織を示す。図 3-2.5.7-126 より、粒界に $Al_{12}Mg_{17}$ 相および Al_2Ca 相が見られる典型的な AX 系合金 casting 材のマイクロ組織であり、その結晶粒径は攪拌の効果により微細化して均一に分散していることを確認することができた。また、図 3-2.5.7-127 に冷却条件 3 の AX92 合金ビレットの熱処理組織を示す。図より、熱処理を行なうことにより、ネットワーク状の Al_2Ca 相が分断されて球状化する傾向が得られ、実機レベルでもラボレベルの試験と同様の結果を得られることが確認できた。

2019 年度は、AX92 合金 casting ビレットの品質安定性を改善するための取組を実施した。ここでは、AX92 合金を溶製し、本事業により 2014 年度に導入した発光分析装置 (島津製作所社製「PDA-7000」) を用いて合金組成を確認した。合金組成を確認した後、2018 年度に導入した攪拌機 IKA-RW20 に攪拌棒をセットし、攪拌速度 60rpm、攪拌時間 2min の条件で溶湯を攪拌して、水タンクに金型ごとに入れて水冷することによってビレットを製作した。製作したビレットを 2016 年度に導入した熱処理炉 (三共社製「SBH-600」) において熱処理に供した。これらの 2018 年度までに最適化した AX92 合金ビレットの製造プロセスを繰り返し行うことによる合金組成の安定性について評価を行った。

表 3-2.5.7-30 に 2019 年度製作した 7 および 12 インチビレットの製造日ごとの合金組成を示す。これより、AX92 合金 12 インチビレットを安定して製造していることを確認することができた。

表 3-2.5.7-29 AX92 合金ビレットの組成 (mass%)

Al	Ca	Zn	Mn	Si	Cu	Fe	Ni
9.09	1.80	0.60	0.29	0.043	<0.001	<0.001	<0.001

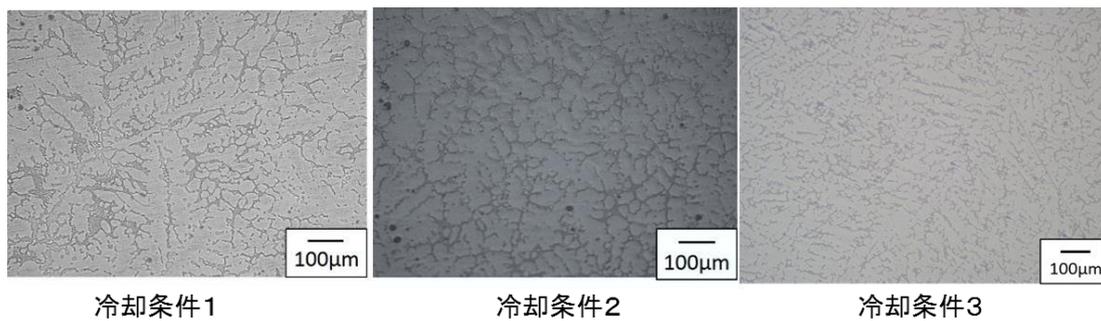


図 3-2.5.7-126 各種製造プロセスにおける鋳造材のマイクロ組織

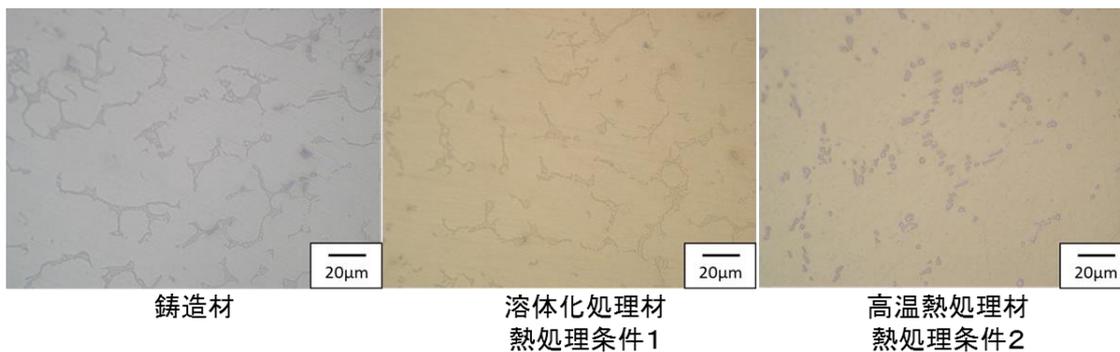


図 3-2.5.7-127 各種熱処理におけるマイクロ組織

表 3-2.5.7-30 2019 年度に製作した 7 および 12 インチビレットの製造日ごとの合金組成 (mass%)

製造日	Al	Zn	Mn	Ca	Si	Cu	Fe	Ni
4.25	9.17	0.70	0.29	1.76	0.05	0.001	<0.001	<0.001
4.25	9.15	0.70	0.30	1.79	0.05	0.001	<0.001	<0.001
6.1	9.17	0.71	0.29	1.77	0.05	0.001	<0.001	<0.001
6.1	9.16	0.73	0.29	1.78	0.05	0.001	<0.001	<0.001
6.25	9.10	0.70	0.28	1.80	0.05	0.001	<0.001	<0.001
6.25	9.13	0.73	0.29	1.73	0.05	0.001	<0.001	<0.001
6.25	9.15	0.70	0.29	1.84	0.05	0.001	<0.001	<0.001
6.25	9.11	0.71	0.28	1.80	0.05	0.001	<0.001	<0.001
9.10	9.34	0.69	0.31	1.90	0.06	0.003	<0.001	0.001
9.10	9.28	0.66	0.28	1.82	0.06	0.002	<0.001	<0.001
9.10	9.20	0.66	0.30	1.74	0.06	0.002	<0.001	<0.001
9.10	9.39	0.67	0.29	1.78	0.06	0.002	<0.001	<0.001
9.10	9.19	0.66	0.28	2.00	0.06	0.002	<0.001	<0.001
10.21	9.32	0.66	0.31	1.83	0.06	0.002	<0.001	<0.001

2020 年度は、2019 年度までに最適化した AX92 合金ビレットの製造プロセスを適

用して、自動車分野への適用について合金組成のチューニングを行った。チューニングは AX92 合金を基に合金元素量を変更した 7 種類のビレットを作製した。ビレット製作時には本事業により 2014 年度に導入した発光分析装置（島津製作所社製「PDA-7000」）を用いて合金組成を確認しながら行った。合金組成を確認した後、2018 年度に導入した攪拌機 IKA-RW20 に攪拌棒をセットし、攪拌速度 60rpm、攪拌時間 2min の条件で溶湯を攪拌して、水タンクに金型ごと入れて水冷することによってビレットを製作した。製作したビレットを 2016 年度に導入した熱処理炉（三共社製「SBH-600」）において熱処理に供した。得られたビレットを不二ライトメタル株式会社にて押出加工した後に引張試験を行うことで機械的特性を評価した。その結果、目標値である耐力 270MPa、伸び 10%以上を達成することができた。以上のことから、新たに開発した高強度の押出材用合金である AX92 及びチューニング合金について、高速鉄道車両および自動車などの輸送機器分野における適用を目指すため、長尺かつ押出加工に好適な均一組織を有する 7 及び 12 インチの生産実機級のビレットを製造するための溶解・鑄造技術を確立することができた。

③-10 低温高成形性マグネシウム合金展伸材の適用技術開発【日本金属】

当分室では、①低い室温プレス成形性と②低い強度を改善したマグネシウム合金の開発を目的として、2019 年度では、これまでに開発した合金系(Mg-Zn-Ca 合金系)をベースとして、高い強度と優れた低温プレス成形性、耐食性を兼備したマグネシウム合金展伸材の最適成分及び工業生産を見据えた製造プロセスの検討・最適化を行った。

まず、開発合金の特性確認のため、重力鑄造法にて 7inch.(φ178mm)ビレットを製作、押出しによって 5.0mm 厚さの圧延母材を作製した。これを、量産圧延実機を用いた複数条件の単板圧延を行い、1.0mm 厚の圧延板複数種を得た。図 3-2.5.7-128 に単板圧延材の{0001}正極点図と逆極点マップを示す。開発合金は底面が圧延幅方向(TD)にスプリットした集合組織を示した。{0001}のピーク強度は 4.0 と目標としていたランダムな集合組織を持つマグネシウム圧延板が得られた。成形性の指標として室温エリクセン試験を実施した。結果を図 3-2.5.7-129 に示した。平均的なエリクセン値は約 8.6mm と目標値である 8.0mm を大きく上回った。引張り試験結果を表 3-2.5.7-31 に示す。底面の TD 傾斜に伴う面内異方性が見られ、耐力値(YS)が RD で 181MPa、TD で 120MPa と TD で目標値を下回った。これは、平均結晶粒径が 10 μ m 以上 (10.9 μ m) の粗大粒であった事が原因であると考えられ、単板での試作圧延材である事を考慮すると、今後改善できるものと考えられた。

開発材のプレス成形性を確認するために、既存のプレス金型を利用した室温深絞り成形を行った。使用した金型は AZ31B を用いた温間プレス成形によって、自動車外装部品を製作するためのもので、製品サイズは約 400mm×450mm である。今回の試作材ではサイズ不足であるために、製品の中の成形難易度の高い部位を部分的にプレス成形する事とした。金型温度は室温(非加熱)で、一般的なクランクモーション(サーボ機構の使用無し)で成形した。絞り深さに限界はあったものの、図 3-2.5.7-130 に示すように、実部品に近い形状を室温プレスにて成形出来た。

以上の結果から、開発合金は本テーマ目標を満たす合金系である事が確認できたため、コイル試作用の 12inch.(φ305mm)×400mm 長さの大型ビレットを製作、コイル圧延用原料を製作した。コイル外観を図 3-2.5.7-131 に示す。この成功を基に、DC 鋳造(半連続鋳造)による原料ビレットを複数製作した。

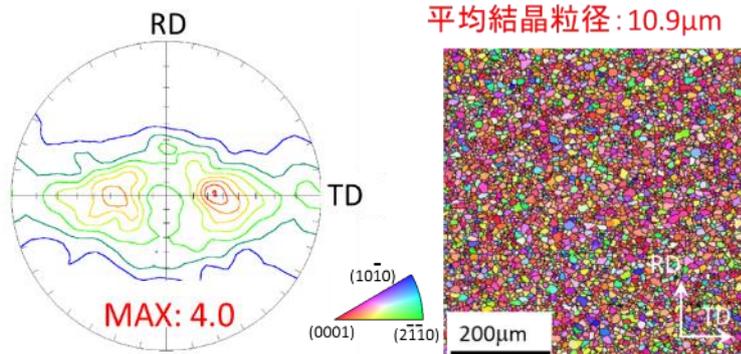


図 3-2.5.7-128 単板圧延材の{0001}正極点図と逆極点マップ



図 3-2.5.7-129 室温エリクセン試験結果

表 3-2.5.7-31 引張り試験結果

	RD//LD	RD⊥LD
UTS (MPa)	248	226
TYS(MPa)	181	120
FE (%)	18	32

さらに、湘南分室が行う基礎トライ用に試作材を提供し、小型フード形状の成形テストを実施した。インナーは 130°C(2mm/sec.)で、アウターは 150°C(1mm/sec.)で無欠陥で成形が可能であった。インナーとアウターを組み合わせたへム加工も実施したが、こちらも 150°Cで成形が可能であった(図 3-2.5.7-132 参照)。

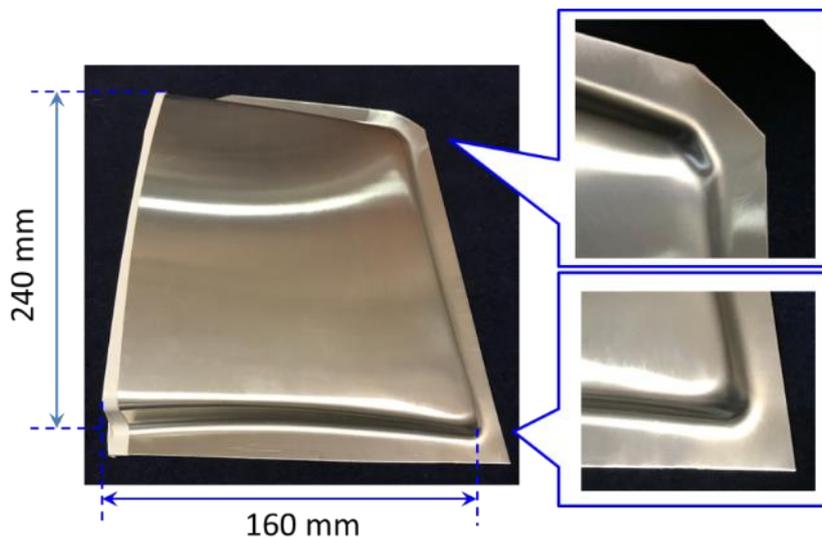


図 3-2.5.7-130 自動車外装部品金型を用いた室温成形トライ結果



図 3-2.5.7-131 大型試作原料
コイル外観



図 3-2.5.7.132 小型フード(インナ/アウト、ヘム)形状の成形テスト (インナ・アウト成形品のヘム加工成形体外観)

2020 年度には、開発合金の引張り試験による圧延幅方向(TD)の耐力において、目標値の 130MPa を下回った点の改善を行った。今期は機械的特性を改善できるコイル製造条件の確立と 150°Cでの成形性の確認を行うとともに、1/1 サイズの成形に使用できる大型板材の製作に取り組んだ。

まず、開発合金の耐力値向上に取り組んだ。成形性の低下を最小限とする為に圧延温度やパススケジュールの最適化による結晶粒径の微細化を行った。圧延したコイルの外観を図 3-2.5.7-133 に示す。AZ31B 量産材と遜色の無い外観の圧延材が製作できた。図 3-2.5.7-134 にコイル圧延材の{0001}正極点図と逆極点マップを示す。従来の{0001}TD にスプリットした集合組織を維持しつつ、結晶粒径は 8.0 μ m と前年度の 10.9 μ m より微細化することに成功した。引張り試験の結果を表 3-2.5.7-32 に示すが、耐力値(YS)は RD で 204MPa、TD で 131MPa と目標値である 130MPa を上回った。室温エリクセン試験の結果、エリクセン値は 8.5mm を維持した (図 3-2.5.7-135)。

開発材の 150°Cにおけるプレス成形性を評価するべく、温間深絞り試験と成形限界線図(FLD)を製作した。結果を図 3-2.5.7-136、図 3-2.5.7-137 に示す。深絞り試験では 150°Cで絞り比(DR)2.1 が得られた。FLD は試験に際しプレス速度を実用的な速度である 5spm とした。図には比較材として A6022-T4 材のデータも示したが、実用的な成形速度域で A6022 とほぼ同等の成形限界が得られた。

以上から、1/1 サイズフードの製作を行うための材料特性値は、プロジェクト目標をほぼ達成した。さらに、プロジェクト会議における歩行者保護性能(HIC)の検討で、フード・アウトの板厚が当初の 1.0mm 厚から 1.2mm 厚に変更されたことを受け、新たに 1.2mm 厚のコイルを製作した。この圧延コイルを用いて、2021 年度に実施する 1/1 サイズフード・アウトの試作用に、開発合金圧延材を用いた FSW による広幅材の製作を行った。試作はまず基礎トライ用に A4 サイズの板を製作し、その接合条件を参考に 1300mm 幅×1900mm 長さの広幅材を製作した。FSW 接合で製作した広幅材の外観を図 3-2.5.7-138 に示す。接合欠陥(キッシングボンド、穴)の無い、良好な板が製作出来た。



図 3-2.5.7-133 結晶粒径を微細化した開発合金コイル

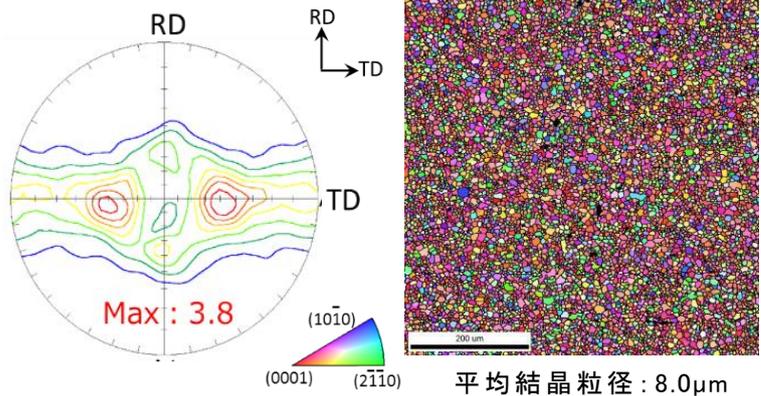


図 3-2.5.7-134 コイル圧延材の{0001}正極点図と逆極点マップ

表 3-2.5.7-32 引張り試験結果

	RD//LT	RD⊥LT
UTS (MPa)	259	233
TYS(MPa)	204	131
FE (%)	19	27



エリクセン値 IE: 8.5mm (室温)

図 3-2.5.7-135 室温エリクセン試験結果



図 3-2.5.7-136 温間深絞り試験結果

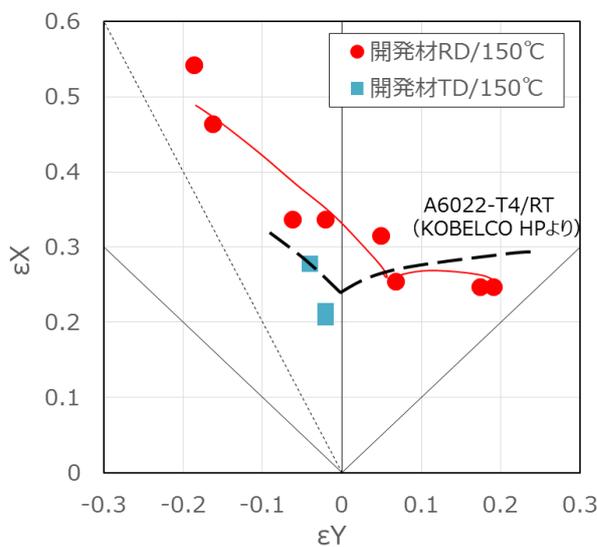


図 3-2.5.7-137 開発材と 6000 系パネル材の FLD

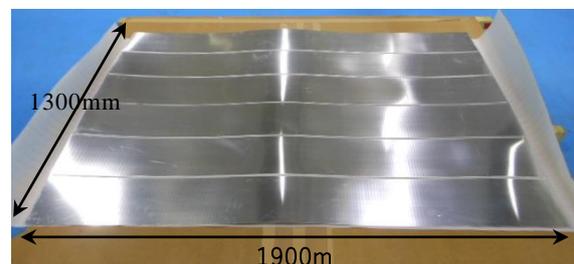


図 3-2.5.7-138 FSW で接合した広幅材の外観

2021 年度には、鉄道車両を加えた輸送機器の軽量化を目的としたマグネシウム合金展伸材の適用・開発を引き続き行った。

JR 東日本が運用する新幹線試験車両 E956"ALFA-X"の客室床板パネルの軽量化に取り組んだ。当分室はプロジェクトで開発された AX41 難燃合金の薄板圧延および広幅材の製作を担当した。圧延板厚は 1.0mm と 0.5mm で、圧延材は 表 3-2.5.7-33 に示すように比較材である AZ31B 合金と同程度の強度(YS : 250MPa 以上)が得られた。また、床板パネルは 1040mm の広幅が必要であったため、FSW 接合条件の検討を行った。パネルは約 3m の長尺で 0.5mm の薄板である事もあり困難を極めたが、図 3-2.5.7-139 に示すように、必要数量の床板パネル用の材料を製作し提供した。

表 3-2.5.7-33 AX41 圧延材の機械的特性

	板厚 mm	試験 方向	YS MPa	UTS MPa	EL %
AX41	1.0	RD	259	305	14
		TD	246	299	17
	0.5	RD	258	305	12
		TD	272	327	14
AZ31B	<1.0	RD	275	315	6

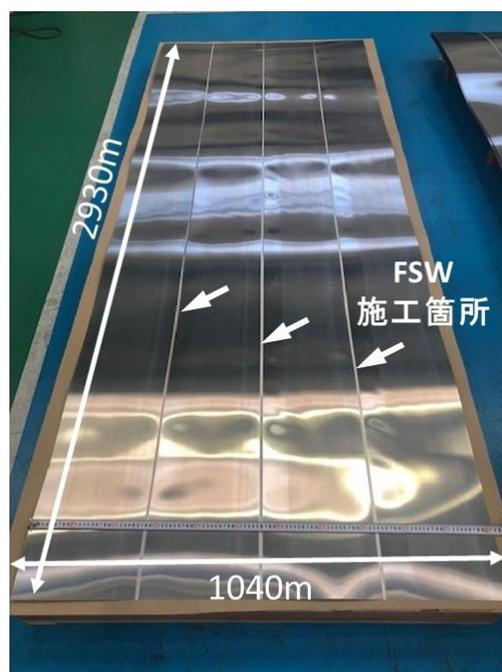


図 3-2.5.7-139 AX41 圧延材を使用した FSW 接合広幅板材(1.0mm)の外観

自動車車体への適用を目的として、Mg-Zn-Ca 系合金をベースに高い強度と優れた低温プレス成形性、耐食性を兼備したマグネシウム合金展伸材の開発を引き続き行った。2021 年度は、1/1 サイズボンネットフードの試作を行うため、そのプレス母材の圧延と FSW 接合による広幅化を主に行った。当分室は主に OUTER 材向け 1.2mm 厚材の製作を行ってきたが、INNER 用 1.0mm 材の不足が考えられたため追加で製作した。1/1 フード製作に必要な広幅化は FSW 接合で行うため、接合部のプレス成形性の確認が必要となった。そこで、湘南分室が行う基礎トライ金型を用いた成形性確認や、守山分室行う接合組織検討のためのサンプル材を製作して提供した。ここで、OUTER の接合部成形性確認用の基礎トライにおいて、接合部とは別の曲げ・絞り成形部に加工割れが確認された。原因調査を行った所、集合組織や結晶粒径に問題がない事が確認されたが、組織観察の結果から図 3-2.5.7-140 に示す $Ca_2Mg_6Zn_3$ 微細析出物が多く観察され、この析出物の関与が疑われた。そこで、析出物が発生しない圧延

材製作条件の見直しを行ったバックアップ材を製作した。図 3-2.5.7-141 に示すように、製作したバックアップ材は 150°Cのエリクセン試験において従来通りの高い張出し成形性が得られた。更に基礎トライによる成形テストを行い、割れが発生しないことを確認した。このバックアップ材を用いた広幅材を 1/1 フード製作に必要な数量を製作し提供した。

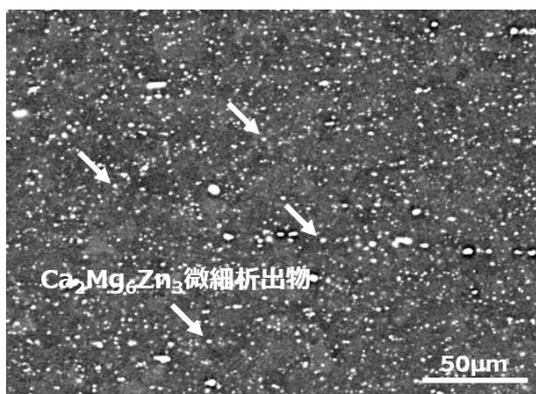


図 3-2.5.7-140 加工割れ発生材の組織観察結果



エリクセン値

8.1mm

割れ発生材



エリクセン値

10.8mm

バックアップ材

図 3-2.5.7-141 ビレット製作条件見直し前後の張出し成形性(エリクセン値)比較(試験温度:150°C)

③-11 Mg 合金の加工時の組織評価【物質・材料研究機構】

従来の商用圧延材として知られる Mg-3Al-1Zn (mass.%)合金は、圧延によって(0002)極が板厚方向に強く配向するため、優れた室温成形性を得ることができなかったため、マグネシウム合金板材の用途は皆無に近かった。これまでに、溶体化処理後にエリクセン値にして 7.7mm の優れた室温成形性を、変形後 170°C で 20 分の熱処理によって 240MPa におよぶ優れた 0.2%耐力を発現するマグネシウム合金で初めてのベークハード性を有する Mg-1.2Al-0.5Ca-0.4Mn-0.8Zn 合金(wt.%)を開発した。自動車材料などとして利用されているベークハード型の 6000 系アルミニウム合金を応用する際は、溶体化処理後の室温時効が大きな問題となる。溶体化処理後に室温時効が生ずることでその後の時効処理によって優れた強度が得られないためである。そこで 2020 年度は、開発合金の室温時効に関する検討を行った。その結果、Mg-1.2Al-0.5Ca-0.4Mn-0.8Zn 合金は、溶体化処理後、もしくは溶体化処理後 2%の引張ひずみを導入後、1 ヶ月以上室温で放置しても硬化は起こらず、その後、170°C で時効処理を行った際も溶体化処理直後に時効処理を施した試料と同様の時効硬化挙動を示した。したがって、開発合金が室温時効を示さない点は、6000 系アルミニウム合金に比べて工業応用上、大きなアドバンテージとなることを実証することができた。

また、合金元素の役割についての検討を進め、Zn 添加が優れた室温成形性を発現させる上で極めて重要な元素であることを実証した。特に、Zn 添加量を 1.6wt.%程度まで増加すると、エリクセン値は 8.2mm まで向上する(図 3-2.5.7.142)。これは、Zn 添加に伴い、溶体化処理時に生ずる再結晶の核形成サイトが結晶粒界から双晶界面に変化することで、(0002)極が TD 方向に配向した組織が得られることが原因である。しかし、(0002)極の極端な TD 配向は力学的異方性の増加につながるため、Zn 添加量は 0.8%程度とするのが好適との結論を得た。

2021 年度は、Mg-3Al ベースの合金に Ca、Ce などの合金元素を添加した合金を作製し、圧延加工によって板材を作製した。溶体化処理後の微細組織は図 3-2.5.7-143 に示す EBSD 逆極点図(IPF)マップと、極点図(PF)に示すとおりである。IPF マップに見られるように、溶体化処理材は平均粒径が 16.4 μm の再結晶粒より構成され、PF から底面が板厚方向に配向した集合組織を呈する。しかし、商用の AZ31 合金などに比べると、配向度は極めて低い。

この合金に対してエリクセン試験を行ったところ、図 3-2.5.7-144 上に示すように、商用の AZ31 合金に比べて高い 7.5mm のエリクセン値が得られた。また、強度、および塗装焼付硬化性を評価するために、溶体化処理材、および 2%の引張ひずみの導入後、170°C で 20 分の時効処理を行った試料の引張特性の評価を行った。なお、導入したひずみ量および時効条件は、塗装焼付硬化(BH)性を評価する際に広く用いられる条件である。上記の条件で引張試験を RD 方向、および TD 方向を荷重方向として行ったところ、図 3-2.5.7-144 下に示すように、溶体化処理材は荷重方向に依らず 120MPa 程度の 0.2%耐力を示した。一方、ひずみ導入と時効処理によって、荷重方向に依らず 0.2%耐力は 165MPa まで増加する。これまで、AZ31 合金は優れた室温成形性と高い強度を両立することは難しかった。しかし、Ca と Ce を微量添加して BH 性を発現させることでこの点を克服し、比較的優れ

た室温成形性と高い強度を付与することができることが明らかとなった。また、**図 3-2.5.7-145** に示すように開発合金は AZ31 合金よりも優れた耐食性を示す。よって、AZ31 合金に安価な元素を添加するだけで耐力の異方性が小さく、優れた耐食性を発現する合金が開発できることが明らかとなった。

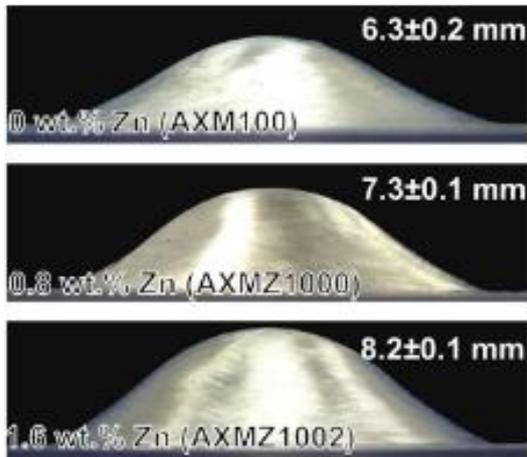


図 3-2.5.7-142 Zn 添加量を系統的に変化させた Mg-1.2Al-0.5Ca-0.4Mn 合金溶体化処理材のエリクセン試験後の試料概観写真。

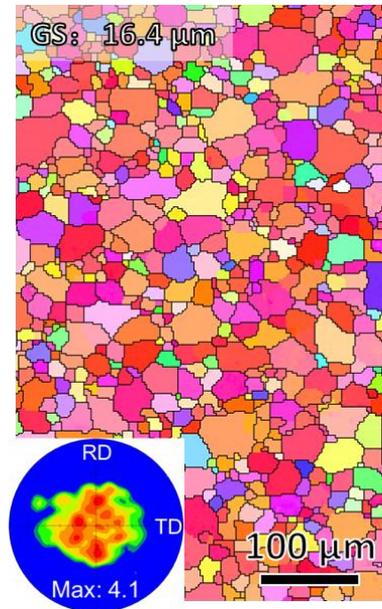


図 3-2.5.7-143 開発合金の EBSD 逆極点図マップと極点図

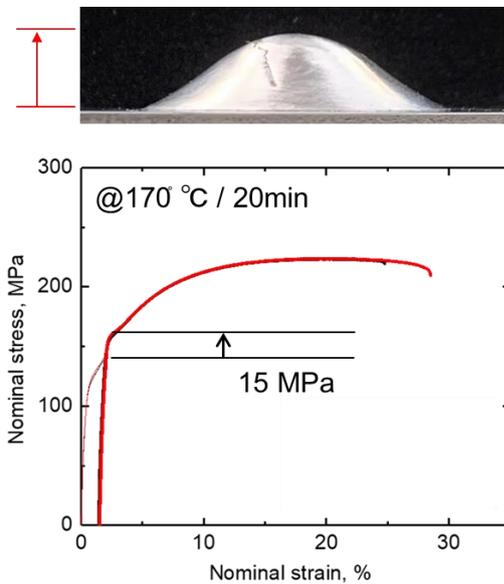


図 3-2.5.7-144 エリクセン試験後の試料概観と BH 処理前後の引張応力ひずみ曲線。負荷方向は黒が RD、赤が TD 方向。

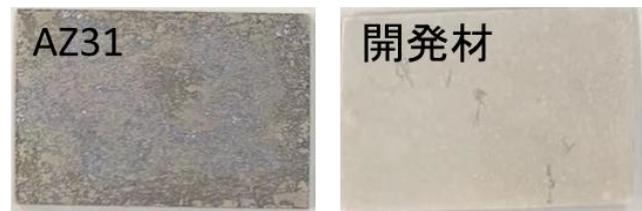


図 3-2.5.7-145 12 時間の浸漬後の試料の概観写真

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.5.7-34 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2018FY	5(4)	1(1)	31(22)	7(6)	1	0	6(2)	2	1
2019FY	4	4	45	5	0	0	4	2	1
2020FY	5	1	32	1	0	0	1	6	1
2021FY	6	0	25	0	2	0	1	2	2
2022FY	1	7	0	0	2	0	2	2	2
合計	21	13	133	13	5	0	12	14	5

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.5.7-35 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2018FY	1(0)	0	0
2019FY	2	0	0
2020FY	0	0	0
2021FY	0	0	0
2022FY	0	0	0
合計	3	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.5.7.3 参考文献

1) Update of the IMA Report “Life Cycle Assessment of Magnesium Components in Vehicle Construction” ; <https://www.intlmag.org/page/life-cycle-assessment-update>（アクセス日 2022.10.29）

2.5.8 [テーマ番号 5 0] 「Mg 材の性能・寿命に関する MI (マテリアルズインテグレーション) 活用技術開発 (FS 研究)」(2017 年度)

[テーマ番号 6 0] 「マグネシウム材の性能・寿命に関するマテリアルズ・インテグレーション (MI) 活用技術の開発」(2018 年度～2022 年度)

2.5.8.1 テーマの概要

(1)背景と目的

「革新的新構造材料等研究開発」プロジェクトでは、2013年度以来、難燃性マグネシウム合金展伸材を鉄道車両構体に適用することを目標とした研究開発を推進した。そこでは、生産速度（押出速度）を飛躍的に高めるための合金設計技術や、強度・延性を同時に改善するための合金設計技術に加え、難燃性マグネシウム合金の接合技術や表面処理技術、鉄道車両構体の設計技術、信頼性（疲労、耐食性、衝撃変形特性等）評価技術を統合的に構築している。これまでに、鉄道車両構体に利用するための新たな合金として、易加工性難燃性マグネシウム合金押出材（AX41合金）、高強度難燃性マグネシウム合金押出材および圧延材（AX92合金およびAX81合金）を開発することに成功している。また、開発した合金を用いて高速車両構体を製造するための部材化技術（複雑形状押出技術、圧延技術、プレス成形技術、接合技術、表面処理技術、構体設計技術）を確立するための実用化研究を推進した。

開発した難燃性マグネシウム合金展伸材を用いて高速車両構体の軽量化を実現するためには、長期間の使用に耐えうる信頼性（疲労性能、耐食性、衝撃変形特性等）を保証するためのデータを系統的に取得し、上記データに立脚した設計指針を構築して行く必要があった。なお、難燃性マグネシウム合金も含めたマグネシウム合金展伸材の信頼性にまつわるデータは、鉄鋼材料やアルミニウム合金等の他の実用金属と比較して少なく、いかに効率良くデータを取得していくかが、実用化に向けた課題であった。

一方、内閣府「戦略的イノベーション創造プログラム（SIP）」の課題の一つ、革新的構造材料の中では、構造材料の組織と性能を、理論や経験則、数値モデリング、データベース、機械学習などを融合（インテグレーション）して予測可能とするシステム、「MInt」（Materials Integration by Network Technology）の構築が産官学連携で進められている。MInt では、入力情報（材料製造・加工条件・使用環境条件）から、複雑系の材料の組織・性能の予測を行うとともに、予測された組織から、これまで長期を要した構造体の疲労特性等の性能を出力することを目的としている。鉄鋼材料やアルミ合金を対象として上記の長期性能を予測するためのワークフローを開発し、材料の組織や長期性能を予測し、材料の開発期間の短縮を図るためのツールとして利用され始めていた。

そこで、本研究開発では、これまでに開発した難燃性マグネシウム合金展伸材も含めたマグネシウム合金全般の信頼性を評価するための手段の一つとして MInt を積極的に活用し、マグネシウム合金の疲労特性や腐食特性等の長期性能や衝撃特性を効率的に予測するためのシステムを構築することを目指す。このシステムを活用し、PJ で

開発した部素材の信頼性評価期間を短縮することで早期実用化を図る。

本研究では、開発した難燃性マグネシウム合金を利用して、素形材を製造する技術を構築するとともに、信頼性（疲労特性、耐食性等）を確保するためのデータベース構築することを目的とし、また、高速車両構体を模した気密疲労モックアップを製造することを目的とするテーマ 35「革新的マグネシウム材製鉄道車両および自動車構造部材への適用技術開発」と密接な連携を取りながら目標達成に向けた研究開発を推進する。

(2)目標値

SIP では、鉄鋼材料やアルミニウム合金溶接継手を対象として、継手の疲労寿命を予測する計算モジュールを開発している。そこでは、物理モデルに基づき、順解析を行う計算手法が取られており、材料の組織情報をもとに、繰り返し荷重下の力学応答を再現するためのモデルの構築を行い、疲労き裂発生寿命と、進展寿命を高精度に予測している。き裂発生では、局所的な繰り返し塑性変形挙動が重要となり、有限要素法や転位論にもとづくモデルを利用した予測手法が開発されている。一方で、鉄鋼材料やアルミニウム合金を対象として、機械的特性や疲労特性に関連するデータベースより、未知の情報を予測する手法も検討がなされている。そこでは、鉄鋼材料溶接継手のサンプルを対象として、化学組成、加工条件、介在物寸法と言った入力条件と回転曲げ疲労強度との相関を調査しており、線形回帰およびニューラルネット等の手法を用いて適切な条件設定を用いた解析を行うことにより、疲労強度と相関のある入力条件を抽出できることや、精度の良い予測が可能であることを明らかにしつつあった。

本研究開発では、上記 MInt を駆使して、難燃性マグネシウム合金母材・継手の長期性能を予測するための技術開発を実施している。具体的には、以下の2つの研究開発項目に取り組む。

① 難燃性マグネシウム合金溶接継手の寿命予測計算モジュールの開発

鉄道車両構体の最弱部である溶接部を対象として、疲労寿命を予測するための計算モジュールを構築する。具体的には、SIP で鉄鋼材料用に開発された物理モデルに立脚した計算モジュールを活用し、マグネシウム特有の結晶構造に起因する異方性や、難燃性マグネシウム合金特有の晶出物分布に起因する異方性を加味した様式でモデルを再構築する。

テーマ 35「革新的マグネシウム材製鉄道車両および自動車構造部材への適用技術開発」と連携して開発を行い、難燃性マグネシウム合金溶接継手の疲労寿命を予測するための計算モジュールを開発する。具体的には、(1) 熱弾塑性計算による溶接シミュレーションモジュール、(2) 結晶塑性計算による疲労き裂発生シミュレーションモジュール、(3) X-FEM による疲労き裂進展シミュレーションモジュールを開発し、これからの検証を行うために必要な微小疲労き裂の発生・進展寿命データベースを構築する。さらに、上記計算モジュールの MInt への組み込みを完了し、統合したワークフローとして完成させる。

② データベースに立脚した難燃性マグネシウム合金母材・継手の性能予測システムの構築

物理モデルに立脚した計算モジュールにより疲労き裂発生から破断までの寿命を予測することは必ずしも容易ではなく、溶接材などの複雑な組織や形状を有している場合は、その予測はさらに困難になる。そこで、本研究開発では、信頼性を予測するための補完的なアプローチとして、データベースを活用した予測システムの構築を目指す。ここでは、「革新的新構造材料等研究開発」プロジェクトにおける「革新的マグネシウム材」の開発で収集した難燃性マグネシウム合金の信頼性（疲労特性、腐食特性、衝撃特性）データを活用し、機械学習を活用して難燃性マグネシウム合金の長期性能を予測するためのシステムを構築する。具体的には、難燃性マグネシウム合金の信頼性を予測するための理論式や経験式に立脚したモデルを構築する作業と、機械学習を活用した予測システムを構築する作業を並行して実施し、相互にフィードバックすることにより、長期性能（疲労特性、腐食特性、衝撃特性）を予測するための高精度モデルを構築することを目指す。また、上記データベースをMIシステムに組み込み、ワークフローを構築することにより予測システムを確立することを目指す。

テーマ35「革新的マグネシウム材製鉄道車両および自動車構造部材への適用技術開発」と連携して開発を行い、難燃性マグネシウム合金の信頼性（機械的特性、疲労特性、耐食性、衝撃特性）データベースを構築する。また、上記データベースを活用し、理論と経験に基づく特性予測式を導出する。また、上記データベースの構築と並行し、難燃性マグネシウム合金の信頼性を機械学習手法により予測するためのモデル式を導出する。さらに、理論と経験より構築した予測式（概念駆動モデル）とデータベースより構築した予測式（データ駆動モデル）を比較する事により、難燃性マグネシウム合金の信頼性に寄与する記述子の抽出を行う。また、上記データベースをMIntのワークフローから利用可能な形で安全に運用する。

以下、各テーマ・サブテーマの研究開発の目標を表に記す。

表 3-2.5.8-1 テーマ 50 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
① MIシステム適用に必要となる技術データベース及び予測モジュールの具体的な内容の検討(2017年度)		鉄鋼材料(BCC金属)やアルミ合金(FCC金属)用に作製された各種モジュールの新難燃性マグネシウム合金(HCP金属)への適用可能		

		性を明らかにする。		
② マグネシウム合金への MI システム適用時の対象性能・対象部材の絞り込み (2017 年度)		難燃性マグネシウム合金の信頼性データの取得に際して MI システムの適用が望まれる性能・部材に関する情報を抽出する。		
③ マグネシウムに関する計算科学手法の研究開発状況の調査 (2017 年度)		文献調査等により、国内外のマテリアルズインテグレーション及び計算科学を利用したマグネシウム研究開発動向を明らかにする。		

表 3-2.5.8-2 テーマ 60 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第 1 中間目標 (2015 年度末)	第 2 中間目標 (2017 年度末)	第 3 中間目標 (2020 年度末)	最終目標 (2022 年度末)
①-1 各種寿命予測計算モジュールの開発 (物材機構, (再)東大/榎) (2018~2022 年度)		テーマ 50 で実施	熱弾塑性計算と X-FEM による長い疲労き裂進展シミュレーションを組み合わせることにより、難燃性マグネシウム合金継手の疲労性能の予測を行う。	難燃性マグネシウム合金溶接継手の疲労寿命を予測するための計算モジュールのプロトタイプを完成させ、その検証を行う。
①-2 計算モジュールの実験的検証 (物材機構) (2018~2022 年度)		テーマ 50 で実施	AX41,81G,92 合金の母材および熱影響部の微小疲労き裂発生・進展データベースの構築する。	AX41,81G,92 合金の母材および熱影響部の微小疲労き裂発生・進展データベースの構築する。また、AX41,81G,92 合金溶接継手ビード止端部

				の疲労き裂発生寿命データベースを構築する。
①-3 計算モジュールの MI システムへの組み込み及び使い込み（物材機構，川崎重工，川崎車両，総合車両）（2018～2022年度）		テーマ 50 で実施	開発した性能予測システムが構体設計に適用できるかを評価する。	構体設計に適用する MI システムに要求される機能を明確にする。また、開発された MI システムを用いた性能予測システムが構体設計に適用できるのかを評価する。
②-1 信頼性予測のためのデザイン設計（産総研，(再)東大/江草，(再)東大/白岩）（2018～2022年度）		テーマ 50 で実施	難燃性 Mg 合金信頼性データベース構築および特性予測モデルを確立する。	難燃性マグネシウム合金信頼性データベースを構築し、長期性能を予測するモデルを確立する。
②-2 難燃性マグネシウム合金の機械的特性および疲労特性データベース及びモデル式の構築（産総研，物材機構，三協立山，権田金属，住友電工，不二ライトメタル）（2018～2022年度）		テーマ 50 で実施	「革新的マグネシウム材」研究のデータを継続し DB を完成させる。また、完成した DB を利用して、理論と経験に基づく特性予測式の妥当性を検証する	完成した DB を用いて、数値シミュレーションや機械学習のワークフローにデータを提供し、WF 利用者の持つ課題を実行して素材と構体の開発に寄与する結果を得る。また、MI 技術によってモデル式を提供する。
②-3 難燃性マグネシウム合金溶接継手の機械的特性および疲労特性モデル式の構築（総合車両，(再)木ノ本伸線，大阪公大）（2018～2022年度）		テーマ 50 で実施		様々な条件下における溶接継手の作製およびその評価を行い、継続してデータを取得し、データベースの充実を図る。溶接プ

				ロセスと欠陥形成、機械的特性との関係について取り入れた機械的特性を予測するための理論と経験に基づく特性予測式および疲労特性の予測式の妥当性を検討する。
②-4 難燃性マグネシウム合金母材の耐食性を予測するためのモデル式の構築（産総研，大日本塗料，ミリオン化学） （2018～2022 年度）		テーマ 50 で実施	データの紐付け作業を継続的に実施し、腐食データベースを完成させる。また、重回帰分析等によるモデル式を完成させる。	追加データをデータベースに格納し、腐食データの解析を完了する。重回帰分析等によるモデル式を改良し、難燃性マグネシウム合金の腐食特性に寄与する記述子の抽出を行う。
②-5 マグネシウム合金母材および溶接継手の寿命予測式の構築（産総研，(再)九大） （2018～2022 年度）		テーマ 50 で実施	材料・溶接プロセスを考慮した疲労強度の予測法の提案、および設計法の実証、高精度化	材料・溶接プロセスを考慮した疲労強度の予測式の提案、および設計式の高精度化
②-6 難燃性マグネシウム合金の衝撃特性評価技術開発（2018～2022 年度）		テーマ 50 で実施	難燃性マグネシウム合金の継手材について、高速変形特性を予測するためのデータベースを構築し、難燃性マグネシウム合金および継ぎ手材について構築した特性予測式を完成させる。	理論と経験則をもとに構築した特性予測式とデータベースより構築した予測式を比較する事により、難燃性マグネシウム合金溶接継手の信頼性（衝撃特性）に寄与する組織因子の抽出を行う。
②-7 データベースの MI システムへの組み		テーマ 50 で実施	WF のユーザテストと、MI システ	完成した DB を用いて、機械学習と

<p>込み及び使い込み (物材機構, 三協立山, 権田金属, 住友電工, 不二ライトメタル, 大日本塗料, 総合車 両, 川崎重工, 川崎 車両) (2018~2022 年度)</p>			<p>ムによる入出力パラメータ空間の自動探索で各モジュールのロバスト性と精度の情報を開発者にフィードバックしながら完成度を高める。</p>	<p>数値シミュレーションのワークフロー(WF)にデータを提供し、WF利用者(素材メーカーと車両メーカー)の持つ課題を実行して素材と構体の開発に寄与する結果を得る。また、MI システムが提供する入出力パラメータ空間の自動探索によって、各モジュールのロバスト性と精度を明らかにする。また、これらの情報を開発者にフィードバックしながらWFの完成度を高める。</p>
--	--	--	---	--

(3)全体計画

テーマ 50 では、鉄鋼材料やアルミ合金の分野で開発が進んでいた、マテリアルズ・インテグレーション技術をマグネシウム合金材に適用する上での問題点を抽出するとともに、同技術を適用する必要性の高い技術分野を抽出する FS 研究を行った。テーマ 60 では、テーマ 50 で得られた知見を元に、マテリアルズ・インテグレーション技術の活用が鉄道車両構体用の難燃性マグネシウム合金材の構体設計に資するよう、母材と継手の疲労等の性能予測を行うための計算科学主体のフロー（サブテーマ①）とデータ科学主体のフロー（サブテーマ②）を構築し、研究開発を行ってきた。当該材料に関する知見やデータは、テーマ 35 「革新的マグネシウム材製鉄道車両および自動車構造部材への適用技術開発」の鉄道関係サブテーマと密接に連携して共有を図ってきた。以下、マグネシウム材関連テーマ全体の研究開発スケジュールの図を示す。

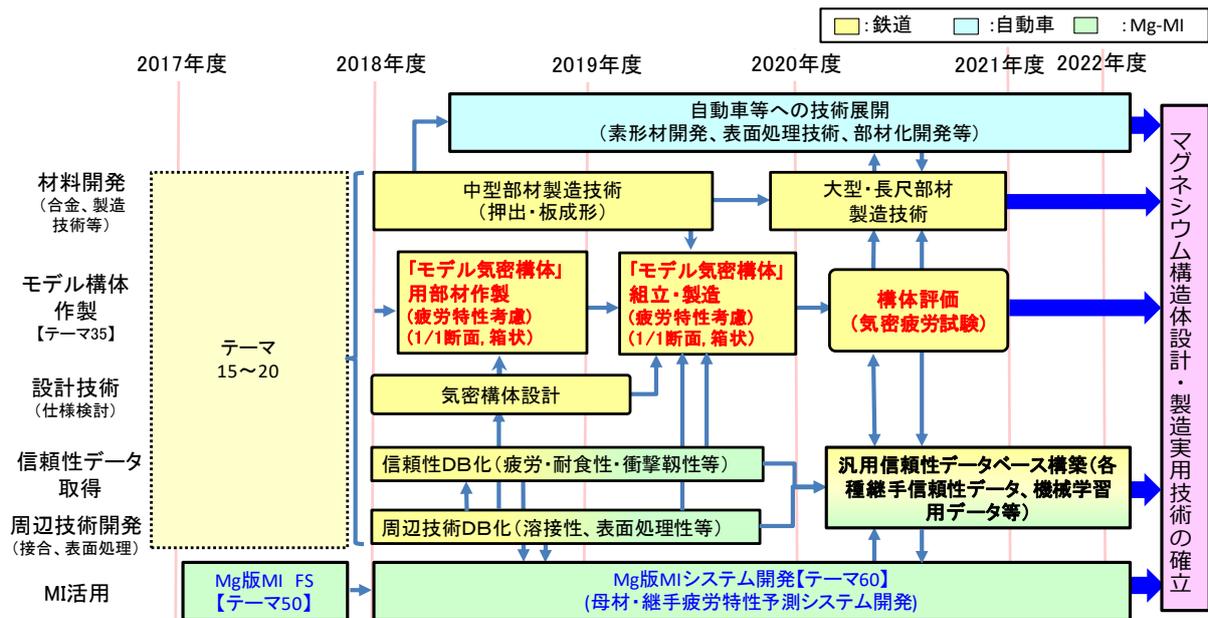


図 3-2.5.8-1 マグネシウム材関連テーマの研究開発スケジュール

(4)実施体制

サブテーマ①「難燃性マグネシウム合金溶接継手の寿命予測計算モジュールの開発」では、鉄道車両構体の最弱部である溶接部を対象として、疲労寿命を予測するための計算モジュールを構築する。具体的には、SIPで鉄鋼材料用に開発された物理モデルに立脚した計算モジュールを活用し、初期条件としての組成情報・組織情報・残留応力情報から、難燃性マグネシウム合金溶接継手の繰り返し荷重下の力学応答を再現するためのモデルの構築を行い、疲労き裂発生寿命と、進展寿命を高精度に予測するモジュールを構築することを目指す。上記の計算モジュールを難燃性マグネシウム合金に適用するためには、マグネシウム合金の結晶構造(HCP構造)に起因した塑性異方性をシミュレーションに取り込む必要がある。また、難燃性マグネシウム合金の内部に存在する晶出相(主に Al_2Ca 相)がき裂発生・き裂伝播特性に及ぼす影響をシミュレーションに取り込む必要がある。また、上記の計算モジュールを開発する過程では、計算モジュールの予測結果を常に実験結果と照合する作業が必要であり、難燃性マグネシウム合金継手のき裂発生特性および伝播特性をモジュール開発と連動して実施する必要がある。

サブテーマ②「データベースに立脚した難燃性マグネシウム合金母材・継手の性能予測システムの構築」では、「革新的マグネシウム材」のデータを有効活用し、難燃性マグネシウム合金の信頼性(疲労特性、腐食特性、衝撃特性)を予測するためのシステムを構築する。プロジェクト前半は、比較的多くのデータが存在する難燃性マグネシウム合金母材の機械的特性(強度)を対象として、理論・経験を組み合わせた特性予測式(概念駆動モデル)を構築する。また、難燃性マグネシウム合金の機械的特性、組成、組織、プロセスの紐付けを行ったデータベースを構築する。さらに、機械学習を活用し、データベース由来の予測式(データ駆動モデル)を導出し、特性予測式(概念駆動モデル)との照合を行う。照合結果より予測への影響の強い

材料パラメータ（記述子）を抽出し、効率的なデータベースの拡充および難燃性マグネシウム合金の機械的特性を予測するための高精度の汎用予測式を導出することを目指す。

上記の作業を、疲労特性、耐食性、衝撃変形特性についても実施する。また、対象材料を母材から継手へと拡張して行く作業を実施し、データベースに立脚した難燃性マグネシウム合金の信頼性予測システムを構築することを目指す。

以下、両サブテーマの実施体制図を示す。

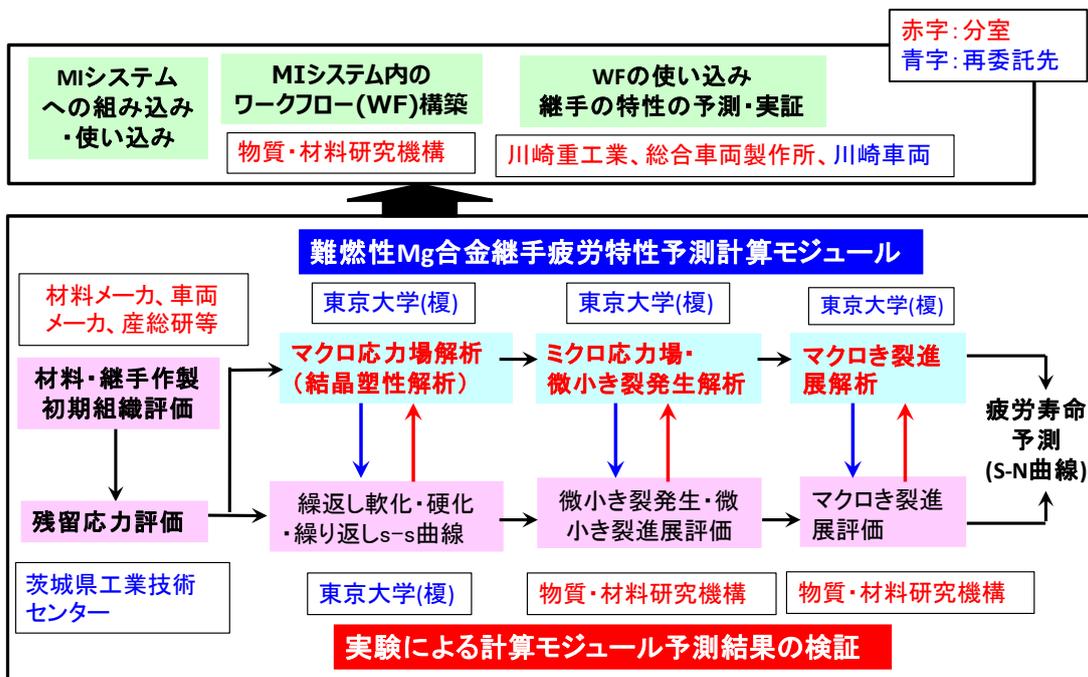


図 3-2.5.8-2 サブテーマ①の実施体制

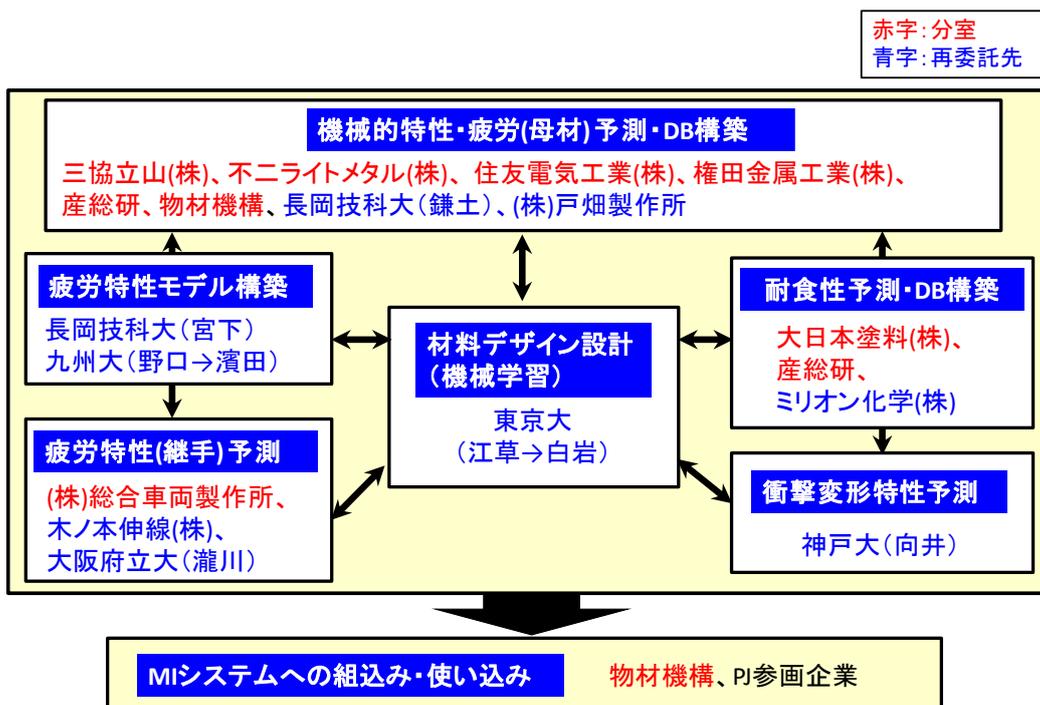


図 3-2.5.8-3 サブテーマ②の実施体制

(5)運営管理

テーマ 50 では 2017 年度に 8 回の検討会と 2 回のステアリング会議（NEDO 担当者も含んだ会議）を開催してマテリアルズ・インテグレーション活用の方針を固めた。テーマ 60 では 2018 年度は 6 回、2019 年度は 4 回（ただし 2020 年 3 月開催予定であった第 4 回はコロナウイルス感染症拡大の影響で中止）、2020 年度は 5 回、2021 年度は 4 回の会議を開き、各回サブテーマ①と②の分科会を開催した。2022 年度も 12 月までに 3 回開催した。また、テーマ 60 は開始当初よりテーマ 35「革新的マグネシウム材の鉄道車両および自動車構造部材への適用技術開発」の鉄道側サブテーマと連携して研究開発活動を行っており、テーマ 35 側の分科会でもテーマ 60 の進捗報告を行った。2020 年度以降はコロナ禍ということもあって会議は原則オンラインで開催し、テーマ 35 のうち鉄道関係の会議とは同日開催するなどした。

プロジェクトの成果の発信としては、軽金属学会の春期および秋期講演大会において複数回開催しているテーマセッション「難燃性マグネシウム合金展伸部材創製のための最新技術開発」のほか、2022 年にはアグネ社「金属」第 92 巻 6 号において特集「難燃性マグネシウム合金を利用した高速鉄道車両構体の開発」をテーマ 35 と共同で企画した。このほか、国研・大学の参画機関を中心に積極的に論文を発表し、講演を行っている。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030 年度）

テーマ 50 の検討に基づいて設定されたテーマ 60 の実施による効果は、マテリアルズ・インテグレーション（MI）技術の材料開発への適用と、開発合金を用いた鉄道車両構体の設計への適用が考えられる。

前者については、ISMA のマグネシウム関連テーマで蓄積されたデータを、材料のプロセス履歴や組織観察まで紐付けられた信頼性データベースとして構築することで、材料メーカーや表面処理メーカーが、生産現場で製品の機械的特性や信頼性を迅速に予測することや、製品開発過程で必要となる展伸材の疲労や腐食などのデータの採取に要する時間を大幅に短縮するために活用することが期待できる。

一方、後者については、車両メーカーが計算モジュールを各種複雑形状の素形材に適用することや、データベースを材料性能予測に利用することで、各種溶接継手の基準応力を設定する際に、疲労試験や溶接トライの工数を減らすことが期待できる。

さらに、このようにして革新的マグネシウム合金製の高速車両構体が完成することにより、CO₂削減や省エネルギーの効果があるが、これはテーマ 35 の実施の効果として記載される通りである。

2.5.8.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.5.8-3 テーマ 50 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
① MI システム 適用に必要と なる技術デー タベース及び 予測モジュー ルの具体的内 容の検討	鉄鋼材料（BCC 金 属）やアルミ合金 （FCC 金属）用に 作製された各種モ ジュールの新難燃 性マグネシウム合 金（HCP 金属）へ の適用可能性を明 らかにする。 (2017 年度末)	2017 年度実施の FS 研究 であり、全体計画に記載 の計画に沿って、調査を 遂行済み。	○	
② マグネシウム合金への MI システム 適用時の対象 性能・対象部 材の絞り込み	難燃性マグネシウム合金の信頼性 データの取得に際 して MI システムの 適用が望まれる性 能・部材に関する 情報を抽出する。 (2017 年度末)	2017 年度実施の FS 研究 であり、全体計画に記載 の計画に沿って、調査を 遂行済み。	○	
③ マグネシウム に関する計算 科学手法の研 究開発状況の 調査	文献調査等によ り、国内外のマテ リアルズインテグ レーション及び計 算科学を利用した マグネシウム研究 開発動向を明らか にする。 (2017 年度末)	2017 年度実施の FS 研究 であり、全体計画に記載 の計画に沿って、調査を 遂行済み。	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

表 3-2.5.8-4 テーマ 60 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
①-1 各種寿命予 測計算モジュール	難燃性マグネシウム合金溶接継手の	塑性変形を考慮した結晶 塑性有限要素法と疲労き	○	

の開発（物材機構, (再)東大/榎）	疲労寿命を予測するための計算モジュールのプロトタイプを完成させ、その検証を行う。 (2022年度)	裂発生則、き裂伸展則を組み合わせることで、難燃性マグネシウム合金溶接継手の疲労寿命を予測するための計算手法を開発した。		
① -2 計算モジュールの実験的検証（物材機構）	AX41,81G,92合金の母材および熱影響部の微小疲労き裂発生・進展データベースの構築する。また、AX41, 81G, 92合金溶接継手ビード止端部の疲労き裂発生寿命データベースを構築する。 (2022年度)	AX41,81G,92合金の母材および熱影響部の微小疲労き裂発生・進展データベースの構築した。また、AX41, 81G, 92合金溶接継手ビード止端部の疲労き裂発生寿命データベースを構築した。	○	
① -3 計算モジュールのMIシステムへの組み込み及び使い込み（物材機構, 川崎重工, 川崎車両, 総合車両）	構体設計に適用されるMIシステムに要求される機能を明確にする。また、開発されたMIシステムを用いた性能予測システムが構体設計に適用できるのかを評価する。 (2022年度)	MIシステムを利用した計算が設計に資することができるテーマ（ニーズ）を設定し、研究開発項目①-1, ①-2から提供可能なシーズとのマッチングをはかりながら開発を開始した。また、NIMS内のSIP-MIシステムでワークフローを実行し、一部の計算を東大の計算資源で行えるようになった。	○	
②-1 信頼性予測のためのデザイン設計（産総研, (再)東大/白岩）	難燃性マグネシウム合金信頼性データベースを構築し、長期性能を予測するモデルを確立する。 (2022年度)	マグネシウム合金の引張特性と疲労特性に関するデータベースを構築し、転移学習を応用することで高精度に疲労強度を予測するモデルを確立した。	○	

<p>②-2 難燃性マグネシウム合金の機械的特性および疲労特性データベース及びモデル式の構築（産総研，物材機構，三協立山，権田金属，住友電工，不二ライトメタル）</p>	<p>完成した DB を用いて、数値シミュレーションや機械学習のワークフローにデータを提供し、WF 利用者の持つ課題を実行して素材と構体の開発に寄与する結果を得る。また、MI 技術によってモデル式を提供する。 (2022 年度)</p>	<p>テーマ②-1 と連携し、プロジェクトで入手したデータベースと文献値をベースとしたデータベースを活用し、マグネシウム合金の強度（降伏応力）を機械学習により予測可能であることを実証した。加えて、転位学習を活用することにより、相対的にデータ数の少ない疲労強度についても予測可能であることを実証した。</p>	○	
<p>②-3 難燃性マグネシウム合金溶接継手の機械的特性および疲労特性モデル式の構築（総合車両，(再)木ノ本伸線、大阪公大）</p>	<p>難燃性マグネシウム合金溶接継手の機械的特性予測式妥当性の検討 (2022 年度)</p>	<p>溶質元素固溶濃度と継手強度の関係、晶出物の体積分率と伸びおよび継手強度の関係などに関する理論と経験より構築した予測式および欠陥サイズと機械的特性の関係の予測式と、データベースより構築した溶接条件と継手強度の関係予測式を比較する事により、難燃性マグネシウム合金溶接継手の機械的特性予測式妥当性を検証した。</p>	○	
<p>②-5 マグネシウム合金母材および溶接継手の寿命予測式の構築</p>	<p>材料・溶接プロセスを考慮した疲労強度の予測式の提案、および設計式の高精度化 (2022 年度)</p>	<p>材料・溶接プロセスを考慮した疲労強度の予測式を提案し設計式を高精度化した</p>	○	
<p>②-6 難燃性マグネシウム合金の衝撃特性評価技術開発</p>	<p>理論と経験則をもとに構築した特性予測式とデータベースより構築した予測式を比較す</p>	<p>難燃性マグネシウム合金を構成する各種溶質元素、結晶粒サイズ、分散粒子の体積率を材料因子として、各因子がもたら</p>	○	

	<p>る事により、難燃性マグネシウム合金溶接継手の信頼性（衝撃特性）に寄与する組織因子の抽出を行う。（2022年度）</p>	<p>す強化効果を定量的に抽出した。また、これら因子が難燃性マグネシウム合金が示す変形応力のひずみ速度依存性に及ぼす影響を明らかにすることにより、衝撃特性に寄与する組織因子を明確にした。。</p>		
<p>②-7 データベースの MI システムへの組み込み及び使い込み（物材機構、三協立山、権田金属、住友電工、不二ライトメタル、大日本塗料、総合車両、川崎車両）</p>	<p>完成した DB を用いて、機械学習と数値シミュレーションのワークフロー(WF)にデータを提供し、WF利用者(素材メーカーと車輻メーカー)の持つ課題を実行して素材と構体の開発に寄与する結果を得る。また、MI システムが提供する入出力パラメータ空間の自動探索によって、各モジュールのロバスト性と精度を明らかにする。また、これらの情報を開発者にフィードバックしながら WF の完成度を高める。（2022年度）</p>	<p>プロセス・組織データを含んだデータベースの意義をプロジェクト内で確認し、鋳造・押出・接合・熱処理などのプロセス、組織観察、引張・圧縮・疲労・腐食などの特性・性能のテーブル設計を行い、データを収集した。収集されたデータは研究課題②-1 などへ提供され、プロセスデータを含めたことにより予測性能が高まることが示された。</p>	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

[テーマ番号 50] 「Mg 材の性能・寿命に関する MI（マテリアルズインテグレーション）活用技術開発（FS 研究）」（2017 年度）

本研究開発では、以下 3 つの研究テーマに関して調査研究を行った。

- ① MI システム適用に必要となる技術データベース及び予測モジュールの具体的内容の検討
- ② マグネシウム合金への MI システム適用時の対象性能・対象部材の絞り込み
- ③ マグネシウムに関する計算科学手法の研究開発状況の調査

テーマ②に関しては、マグネシウム研究者やマグネシウム素材メーカーおよび車両メーカーの技術者との議論を通じて、マグネシウム合金の部材開発において、MI システムの適用が望まれる分野についてニーズの抽出を行った。また、テーマ①及びテーマ③に関しては、SIP-MI プロジェクトを推進している主要研究者を招聘して勉強会を実施し、金属材料の長期性能を予測するための計算科学手法に関する最新情報を入手するとともに、上記ニーズに適合する研究分野の有無について調査を実施した。その結果、テーマ②の活動（マグネシウムのための MI システムのニーズ抽出）からは、以下の2つのニーズが提示された。

②-1 疲労特性予測システムの構築

- 鉄道車両構体（高速車両構体）の設計を行う際には、き裂の発生が集中する溶接部分を対象として、様々な条件（継手形状、溶接条件、応力負荷条件等）で疲労データを取得し、得られた疲労強度より許容応力を設定する必要がある。
- 許容応力を設定する上で、MI システムにより疲労特性を予測できると疲労試験の工数を減らすことができる。溶接条件もしくは組織情報を入力すると疲労寿命が予測できるシステムを構築することが望まれる。それにより、疲労試験の本数が減るだけでなく、溶接トライの工数も減らすことができる。
- 逆問題として、母材と期待継手効率や期待疲労強度を指定すると、推奨組織や推奨溶接プロセスが予測できるようになることも望まれる。

②-2 信頼性データベースの構築

- （難燃性）マグネシウム合金の信頼性に関するデータは、鉄鋼材料やアルミニウム合金等の他の実用金属と比較して少なく、これまでに取得されているデータ（プロジェクトで取得したデータに加えて、文献等で獲得したデータ）を有効に活用して、データベースを構築する必要がある。
- 難燃性マグネシウム合金の信頼性（疲労特性、耐食性等）データは、上述の「革新的マグネシウム材」プロジェクトにおいて、継手の特性も含めて系統的に採取しつつある。データベースの規模は他の実用合金と比較すると未熟ではあるものの、材料組成、組織（晶出物分布、結晶粒径、集合組織）、基本性能（機械的特性）、疲労特性（S-N 線図等）、耐食性（腐食速度、孔食深さ等）に関するデータのさらなる蓄積を実施し、上記情報の紐付けを行うことができれば、MI モジュールを構築する際に必要となるデータベースとして利用することができる。
- 比較的少ないデータベース量で長期性能が予測できるシステムを機械学習等の手段を活用して構築することが望まれる。

他方で、テーマ①の活動（技術データベース及び予測モジュールの具体的内容の検討）およびテーマ③の活動（マグネシウムに関する計算科学手法の研究開発状況の調査）として、SIP-MI プロジェクトを推進している主要研究者を招聘して勉強会を複数回開催した。勉強会より得られる計算科学に関連する最新情報を元に、以下のシーズが抽出された。また、鉄鋼材料やアルミニウム合金を対象として開発している予測システムをマグネシウム合金に展開する上での課題点も、以下の通り抽出された。

①-1 (③-1) 性能予測計算モジュールの開発

鉄鋼材料やアルミニウム合金溶接継手を対象として、継手の疲労寿命を予測する計算モジュールの開発を実施している。そこでは、物理モデルに基づき、順解析を行う計算手法が取られており、材料の組織情報をもとに、繰り返し荷重下の力学応答を再現するためのモデルの構築を行い、疲労き裂発生寿命と、進展寿命を高精度に予測している。き裂発生では、局所的な繰り返し塑性変形挙動が重要となり、有限要素法や転位論にもとづくモデルを利用した予測手法が開発されている。

上記の計算モジュールを難燃性マグネシウム合金に適用するためには、マグネシウム合金の結晶構造(HCP 構造)に起因した塑性異方性をシミュレーションに取り込む必要がある。また、難燃性マグネシウム合金の内部に存在する晶出相がき裂発生・き裂伝播特性に及ぼす影響をシミュレーションに取り込む必要がある。

上記の計算モジュールを開発する過程では、計算モジュールの予測結果を常に実験結果と照合する作業が必要であり、難燃性マグネシウム合金継手のき裂発生特性および伝播特性をモジュール開発と連動して実施する必要がある。

①-2 (③-2) 性能予測データベースの構築

鉄鋼材料やアルミニウム合金を対象として、機械的特性や疲労特性に関連するデータベースより、未知の情報を予測する手法が検討されている。そこでは、鉄鋼材料溶接継手のサンプルを対象として、化学組成、加工条件、介在物寸法と言った入力条件と回転曲げ疲労強度との相関を調査しており、線形回帰およびニューラルネットワーク等の手法を用いて適切な条件設定を用いた解析を行うことにより、疲労強度と相関のある入力条件を抽出できることや、精度の良い予測が可能であることが明らかとなっている。アルミニウム合金に関しても同種の調査が行われており、そこでは、理論や経験を元に作成した素材強度の予測式と、ニューラルネットワークを活用して導出した材料強度の予測結果の照合を行い、高い精度を有する予測式を導出することに成功している。

なお、難燃性マグネシウム合金展伸材の機械的特性に関するデータは比較的豊富に存在するが、理論や経験に基づくモデル式自体が存在しない。そのため、研究開発の序段では、難燃性マグネシウム合金の機械的特性を予測するための予測式を理論と経験により構築し、アルミニウム合金と同様に、データベースを活用した機械学習により上記モデル式の精度を高める作業を行うことが望まれる。次いで、上記作業で得られたワークフローを活用して、信頼性（疲労特性、耐食性、衝撃変形特性）を予測するためのシステムを構築することが望まれる。

①-3 (③-3) MIシステムの構築及びMIシステムの運用

MIシステムは、モジュールの多様化に対応して、多様な構造材料、多様な製造プロセスや加工プロセスに対応可能であり、また、予測の対象となる性能もさらに拡げることが可能である。さらに、時間・空間スケールやデータ構造の異なる様々なモジュールを自由に接続可能にすることによって、材料組成やプロセスから性能までの一貫した性能予測フローが可能になる。すでに、MIシステムの α 版は完成しており、マグネシウムの信頼性を予測するための各種モジュールやデータベースに関しても、MIシステムに組み込むことが可能であり、マグネシウムのための計算モジュール及びデータベースを構築し、一連のワークフローを構築すれば、そのままMIシステムを利用することができる。

なお、開発した計算モジュールやデータベースをMIシステムに組み込む上では、新たな計算モジュールやデータベースを縦糸で結ぶ作業や、既存の計算モジュールやデータベースを横糸で結ぶ作業（ワークフローを構築する作業）が存在し、モジュールやデータベース構築と並行して、準備を進める必要がある。また、MIシステム内に構築したワークフローを素材メーカ及び車両メーカが自由に使いこなすためのトレーニングを並行して実施していく必要がある。

上記のFS研究から抽出されたニーズおよびシーズを受け、マグネシウム合金の長期性能を予測するためのシステムを構築するための研究開発項目として、以下の2つが抽出された。

研究開発項目① 難燃性マグネシウム合金溶接継手の寿命予測計算モジュールの開発

難燃性マグネシウム合金溶接部を対象として、疲労寿命を予測するための計算モジュールを構築する。ここでは、鉄鋼材料用に開発された物理モデルに立脚した計算モジュールを活用し、マグネシウム特有の結晶構造に起因する異方性や、難燃性マグネシウム合金特有の晶出物分布に起因する異方性を加味した様式でモデルを再構築する。そして、再構築したモデルを用いて、難燃性マグネシウム合金溶接継手の繰り返し荷重下の力学応答を再現し、疲労き裂発生寿命と、進展寿命を高精度に予測するモジュールを構築することを目指す。最終的に、開発した計算モジュールをMIシステムに組み込み、ワークフローを構築することにより一貫した予測システムを確立することを目指す。

研究開発項目② データベースに立脚した難燃性マグネシウム合金母材・継手の性能予測システムの構築

物理モデルに立脚した計算モジュールにより疲労き裂発生から破断までの寿命を予測することは必ずしも容易ではなく、溶接材などの複雑な組織や形状を有している場合は、その予測はさらに困難になる。そこで、本研究開発では、信頼性を予測するための補完的なアプローチとして、データベースを活用した予測システムの構築を目指す。

ここでは、「革新的マグネシウム材」の開発で収集しつつある難燃性マグネシウム合

金の信頼性（疲労特性、腐食特性、衝撃特性）データを活用し、機械学習を活用して難燃性マグネシウム合金の長期性能を予測するためのシステムを構築する。具体的には、難燃性マグネシウム合金の信頼性を予測するための理論式や経験式に立脚したモデルを構築する作業と、機械学習を活用した予測システムを構築する作業を並行して実施し、相互にフィードバックすることにより、長期性能（疲労特性、腐食特性、衝撃特性）を予測するための高精度モデルを構築することを目指す。また、上記データベースを MI システムに組み込み、ワークフローを構築することにより予測システムを確立することを目指す。

2018 年度以降、テーマ 60「マグネシウム材の性能・寿命に関するマテリアルズ・インテグレーション（MI）活用技術の開発」として、上記の研究開発項目を実施した。成果の詳細は下記を参照されたい。

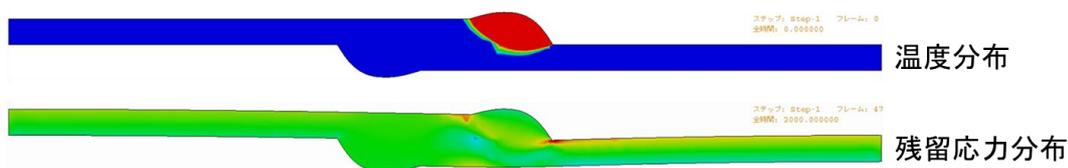
【テーマ番号 60】「マグネシウム材の性能・寿命に関するマテリアルズ・インテグレーション（MI）活用技術の開発」（2018 年度～2022 年度）

① 難燃性マグネシウム合金溶接継手の寿命予測計算モジュールの開発

①-1 各種寿命予測計算モジュールの開発【物質・材料研究機構、再委託先：東京大学（榎）】

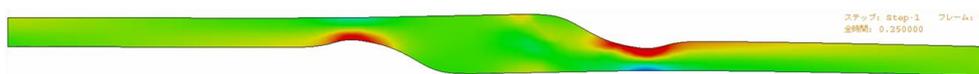
難燃性マグネシウム合金 AX41 溶接継手の疲労き裂の発生、進展の解析を行った。計算の流れを図 3-2.5.8-4 に示す。実験と比較するために、重ね溶接継手の溶接まま材とグラインダー仕上げしたものを対象とした。まず、AX41 材の温度依存の特性を入力し、溶接中の伝熱-弾塑性解析を行うことで、溶接中に導入される残留応力分布を計算した。グラインダー仕上げモデルでは仕上げ部の要素を削除することで応力の再分配を考慮した。続いて、有限要素モデルに繰返し荷重を与えることで、繰返し荷重下の応力ひずみ分布を計算し、応力集中部を特定した。応力集中部については、双晶の生成と回復を考慮した結晶塑性有限要素法により、塑性異方性を考慮した計算を行った。解析で用いた結晶塑性パラメータは、AX41 母材の実験結果に基づき決定した。結晶塑性解析から得られたせん断塑性ひずみを Tanaka-Mura モデルに代入することで、き裂発生サイクル数 N_i を求めた。き裂進展の解析では Paris 則を用いてき裂進展寿命を計算した。高サイクル疲労試験の結果から得られたき裂進展速度より Paris 則に用いる定数を決定した。そして、き裂発生寿命とき裂進展寿命の和より疲労寿命を計算した。計算結果を図 3-2.5.8-5 に示す。疲労寿命は実験値に概ね一致した。実験と同様に、グラインダー仕上げ材で疲労寿命が向上することが示された。したがって、本計算手法を用いることで、難燃性マグネシウム合金の溶接継手の施工条件と疲労性能の関係を評価できる可能性が示された。また疲労き裂発生の計算結果より、高応力条件下では試験開始初期で疲労き裂が発生することが示唆された。実験のみでは評価が難しいき裂発生挙動の評価に有効であると言える。さらに、止端部形状（止端半径、フランク角、余盛高さ）や溶接欠陥の形状（アンダーカット開口幅、深さ、アンダーカット底部の曲率半径）を仮想的に変化させることで、止端部形状や溶接欠陥が難燃性マグネシウム合金の疲労特性に与える影響を定量的に評価できることを示した。従来の溶接品質等級による評価と異なり、定量的に疲労寿命を見積もることができるため、構体の構造設計や運用時の検査・修理の方針を策定する上で有効であると期待できる。

1. 溶接中の伝熱-弾塑性解析



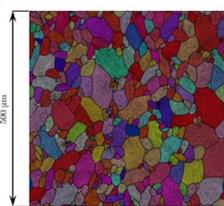
残留応力導入, G仕上げ(有・無)

2. 繰返し荷重下の応力分布解析



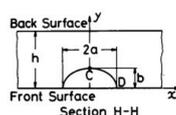
局所応力範囲 $\Delta\sigma_{11}$

3. き裂発生解析



$$N_i = \frac{A}{FIP}$$

4. き裂進展解析



$$\frac{dN_p}{da} = C(\Delta K)^m$$

5. 破断寿命計算

$$N_f = N_i + N_p$$

図 3-2.5.8-4 疲労寿命計算の流れ

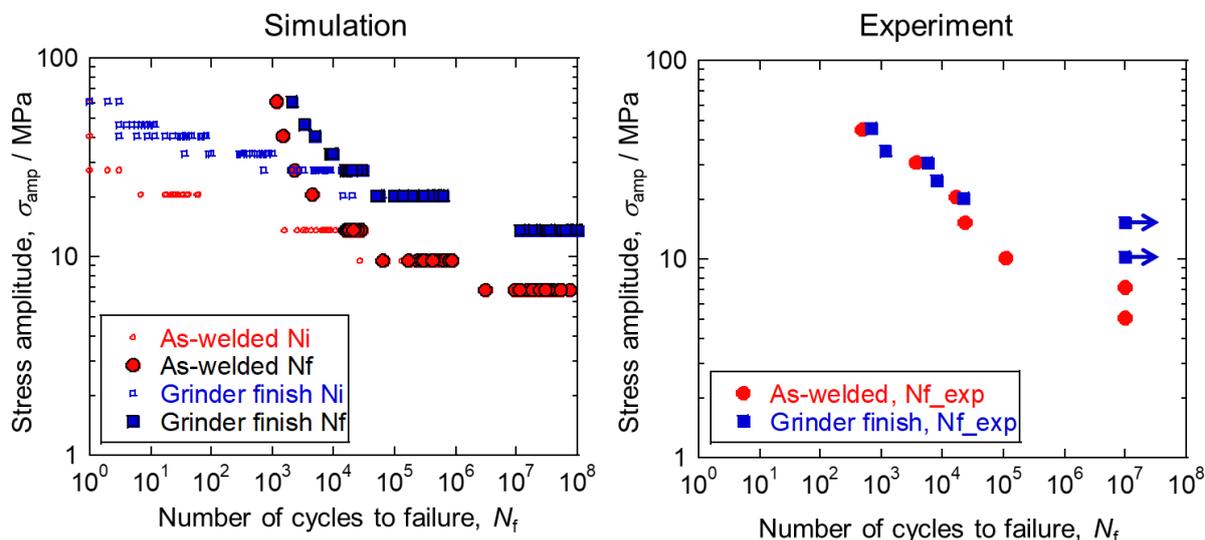


図 3-2.5.8-5 重ね溶接継手（グラインダー仕上げあり・なし）の疲労計算結果と実験結果

①-2 計算モジュールの実験的検証【物質・材料研究機構、再委託先：茨城県産業技術イノベーションセンター】

ここでは、計算モジュールの実験的検証を目的として、自動化したその場観察システム（オートフォーカス、自動パノラマ撮影、動的撮影）を活用して、AX41、AX81G および AX92 合金を対象として、微小疲労き裂の発生寿命に関するデータベ

スを構築した。2018 年度から 2020 年度は、母材と溶接熱影響部（HAZ）の熱履歴を模擬した熱処理を行った試験片を対象にデータベースを構築した。2021 年度および 2022 年度は、溶接継手のビード止端を対象にデータベースを構築し、これらのデータを提供した。また、疲労寿命に影響する溶接残留応力に関して、四点曲げ試験により合金毎の X 線応力定数を明確にするとともに、計算モジュールの検証に必要な溶接継手の残留応力の計測を行い、データを提供した。以下では、AX41 合金を例に、具体的な研究成果を示す。

図 3-2.5.8-6 に熱処理により模擬した溶接部（HAZ 模擬材とよぶ）の微細組織とビッカース硬さの変化の例を示す。図 3-2.5.8-7 に母材および HAZ 模擬材の S-N 線図と繰返し降伏特性を示す。熱処理により結晶粒径がやや粗大化している可能性もあるが、疲労特性への影響は小さく、熱処理前後の疲労寿命と繰返し降伏特性は母材と大差無いことが分かる。すなわち、計算モジュールにおいて、母材を対象に構築した予測手法を、溶接継手に適用可能であることを実験的に確認した。

図 3-2.5.8-8 に微小疲労き裂の発生挙動を示す。疲労き裂は、結晶粒内のすべり帯と思われる箇所から発生すること、すなわち、介在物等の影響を無視できることを確認した。図 3-2.5.8-9 に微小疲労き裂の成長曲線と進展速度を示す。おおよそ 0.1 mm 以上のき裂長さでは巨視的なき裂の進展特性に概ね一致することを明らかにした。また、画像相関法と自動観察システムを組み合わせた独自の観察手法を活用して、通常検出することが難しい微小疲労き裂の開閉口挙動を実測した。図 3-2.5.8-10 に画像相関法を用いることで実測した微小疲労き裂の開閉口挙動を示す。実測の結果、明確なき裂閉口は生じていないことを明らかにした。以上より、計算モジュールにおいて考慮する必要があるのは、結晶粒内でのき裂発生および隣接する結晶粒におけるき裂進展であり、それ以上の長さのき裂進展には連続体破壊力学による評価が適用可能であることを示した。

さらに、溶接部の疲労寿命予測結果を検証可能なデータとして、溶接継手のビード止端部における疲労き裂発生寿命を評価した。図 3-2.5.8-11 に画像相関法（DIC）によるビード止端における微小疲労き裂発生寿命の検出例を示す。ここでは、自動化した観察システムを活用した、マイクロスコープによる拡張焦点撮影と DIC によって、狭隘なビード止端部に発生する微小疲労き裂の発生寿命を評価した。図 3-2.5.8-12 には、疲労き裂発生位置の縦断面観察結果を示す。この観察では、DIC で微小疲労き裂の発生を検出した直後に疲労試験を中断し、き裂を検出した位置で試験片を切断し、発生したき裂の深さを調べた。その結果、本手法で検出できる微小疲労き裂の大きさが約 100 μ m 前後であることを確認した。図 3-2.5.8-13 に突合せ溶接継手の S-N 線図を示す。疲労試験は、応力比 $R=-1$ の平均応力がゼロとなる条件と、最大応力を 80MPa で固定した引張平均応力となる条件の二種類で行った。S-N 線図には、破断寿命 N_f に加えて、前述の方法で決定した疲労き裂の発生寿命 N_i と、破断寿命 N_f と N_i の差から求めた疲労き裂の進展寿命 N_p を合わせて示している。 $R=-1$ の結果に比べて、引張り平均応力条件下では疲労寿命が低下していることが分かる。また、 $R=-1$ の条件では破断寿命 N_f の大部分が疲労き裂の進展寿命 N_p であるが、引張平均応力下では、破断寿命 N_f に対す

るき裂進展寿命 N_p の割合が小さくなっていることが分かる。一方、疲労き裂の発生寿命 N_i は二つの条件で大きな差が無いことが分かる。図 3-2.5.8-14 に繰返し数の増加に伴うき裂開口変位の変化を示す。R=-1 の条件と引張平均応力となる R=-0.5 の条件で、き裂開口変位、すなわちき裂が成長し始める繰返し数は同等であるが、R=-0.5 の条件の方が、き裂が急速に成長していることが分かる。すなわち、平均応力は疲労き裂の発生よりも疲労き裂の成長を加速させることで、疲労寿命を低下させていることが分かる。言い換えれば、疲労寿命予測モジュールで平均応力の影響を考慮する場合には、き裂の発生ではなく、き裂の進展モデルにおいて考慮すれば良いことを示した。

以上のように、疲労寿命予測モジュールの合理的な検証や高度化に寄与する重要な情報となる、疲労寿命をき裂の発生寿命と進展寿命に分けた様々なデータベースを構築・提供した。

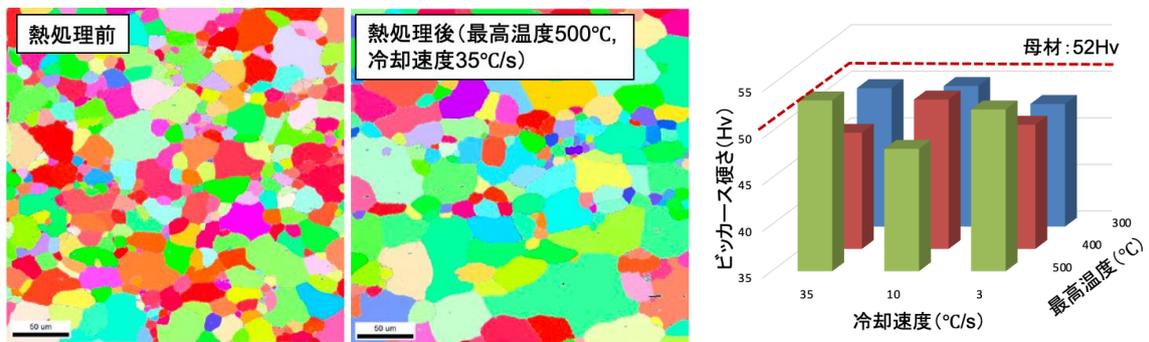


図 3-2.5.8-6 HAZ 模擬熱処理による溶接部の微細組織とビッカース硬さの変化(AX41 合金)

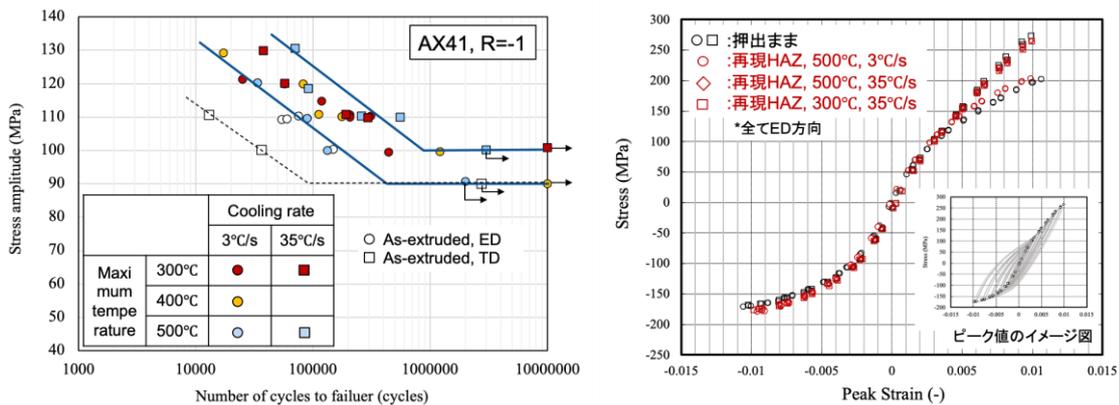


図 3-2.5.8-7 母材および HAZ 模擬材の S-N 線図と繰返し降伏特性(AX41 合金)

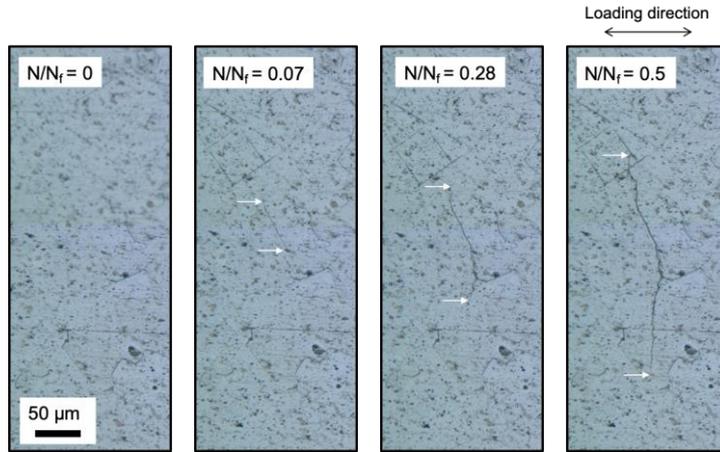


図 3-2.5.8-8 微小疲労き裂の発生挙動(AX41 合金)

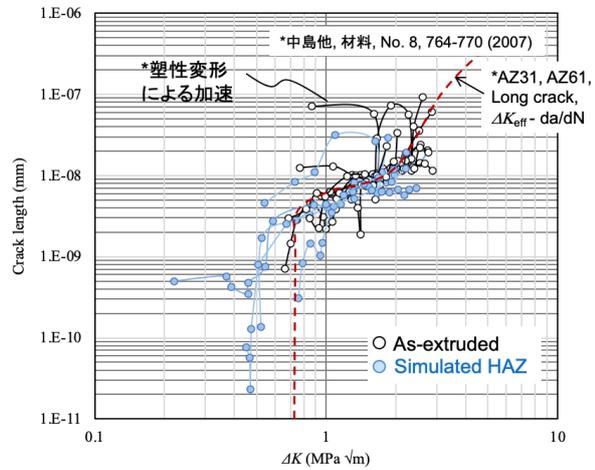
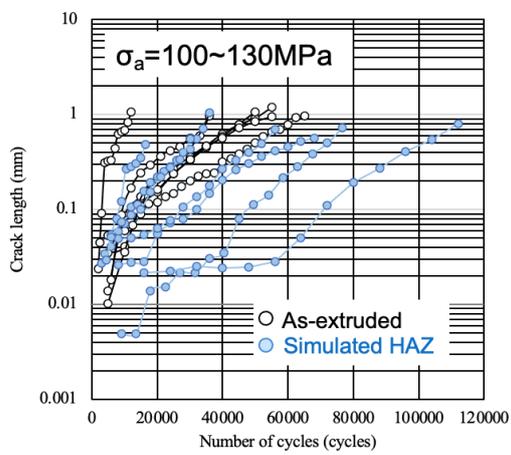


図 3-2.5.8-9 微小疲労き裂の成長曲線と進展速度(AX41 合金)

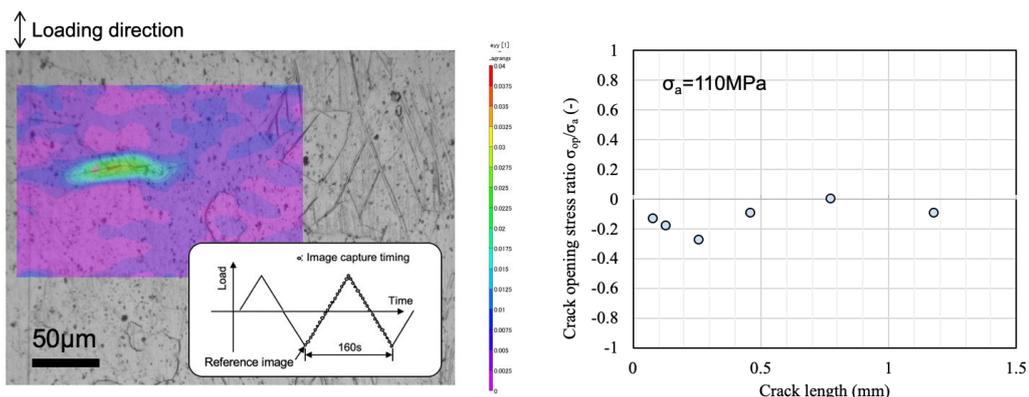


図 3-2.5.8-10 画像相関法により実測した微小き裂の開閉口特性(AX41 合金)

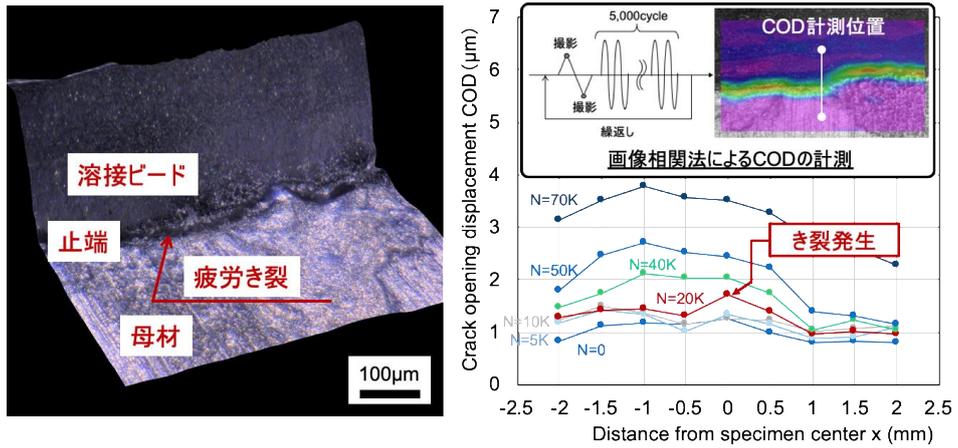


図 3-2.5.8-11 DIC による疲労き裂発生寿命の検出

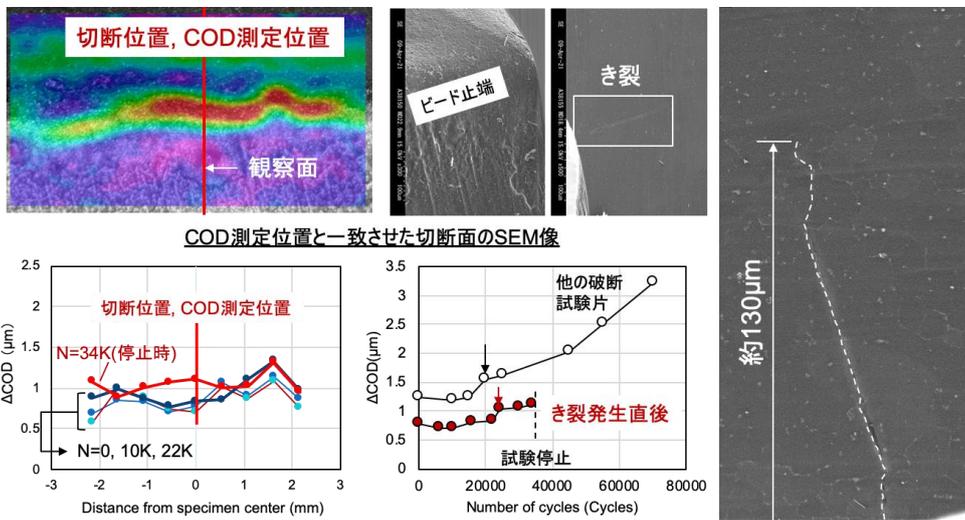


図 3-2.5.8-12 疲労き裂発生直後の縦断面観察

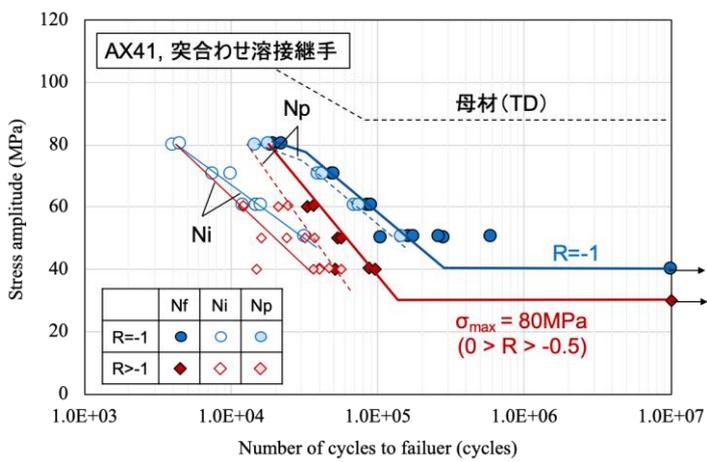


図 3-2.5.8-13 突合せ溶接継手の S-N 線図

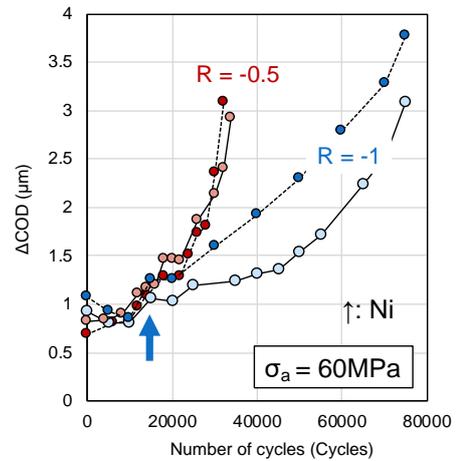


図 3-2.5.8-14 き裂開口変位の変化

① - 3 計算モジュールの MI システムへの組み込み及び使い込み【物質・材料研究機構、川崎車両、総合車両製作所】

内閣府 SIP 第一期「革新的構造材料」と第二期「統合型材料開発システムによるマテリアル革命」による Mint (Materials Integration by Network Technology) システムの開発に合わせて、本テーマの課題①-1 で開発される数値シミュレーションベースのモジュールやワークフローが Mint 上で動作し、ISMA 参画機関が利用できるよう、Mint 開発チームと連携して作業を行った。

2021 年度までは、Mint は NIMS 構内 LAN 上に設置されていたため、ユーザが Mint を利用するためには、NIMS へ来所するか、VPN (仮想プライベートネットワーク) アカウントの発行を受けて NIMS 構内 LAN に接続してからアクセスする必要があった。しかし、VPN は企業ユーザに利用しやすいものではないため、Mint をインターネットから直接接続できるようセキュリティ診断とソフトウェアの更新が行われ、本課題①-3 でも必要な作業を行った結果、2021 年 7 月にインターネットからの接続が可能になった。

インターネット接続が視野に入った 2020 年度からは、Mint の「外部計算資源」利用機能を活用した計算環境の構築にも取り組んだ。従来の Mint では各モジュールの内部で動くソフトウェアやアクセスするデータも全部 NIMS 内の Mint サーバに搭載する必要があったため、次のような問題があった。(1) モジュール内部で利用するソフトウェアが有償または非公開の場合、NIMS が当該ソフトウェアのライセンスを持ち、さらに NIMS 以外のユーザに共同研究者などとして使用権を付与できない限り、Mint サーバに搭載して使用することができない。しかし、そのような利用形態を認めるライセンスは一般的ではない。(2) 本テーマの参画機関が自機関外への持ち出しを禁止しているデータをモジュールから参照できない。(3) 参画機関が所有する高性能または特殊なコンピュータを活用できない。また、高負荷計算を大量実行すると Mint サーバに支障を及ぼす可能性がある。

そこで、SIP 側の Mint 開発チームと連携し、モジュール内で Mint サーバ以外のコンピュータを利用できる「外部計算資源の利用」機能の開発と検証を行った。図 3-2.5.8-15 に外部計算資源を利用するイメージを示す。これは Mint サーバから見れば回部にあるため「外部計算資源」と呼称しているが、本テーマの参画機関のユーザから見れば自機関内のソフトウェアやデータである。

具体的なアクセス方法として SSH (Secure Shell) 接続と WebAPI (Application Program Interface) 接続の 2 種類を整備した。前者は大学のようにリモートアクセスに比較的寛容な機関の資源を利用するケースに適しており、外部計算開始までのオーバーヘッド時間も短い。外部計算機側が SSH 接続を受け入れるようポートを開放する必要があり、これはセキュリティ保護のため機関によっては許容されない可能性がある。一方、後者はポート開放が不要のため、企業のようにリモートアクセスに対し厳格な環境でも利用できる一方、API のポーリング間隔は外部計算開始までのオーバーヘッド時間となってしまう。

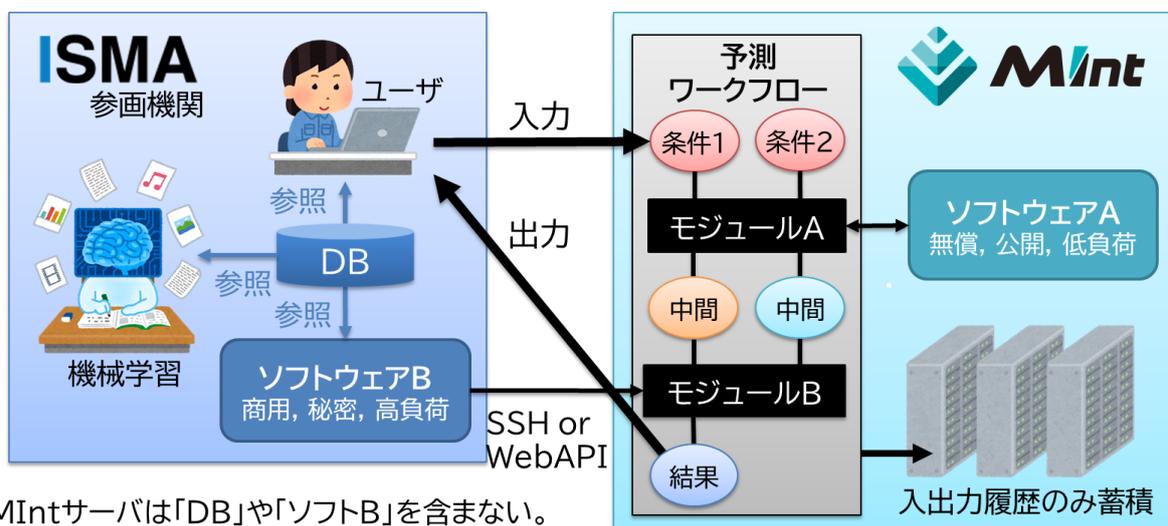
いずれにせよ、これにより商用・秘密・高負荷のソフトウェアを各参画機関が自機関内に保持したまま Mint のワークフローから利用できるようになった。さらに、そ

の自機関内に置かれたソフトウェアから機関外秘のデータにアクセスすることで、データ秘匿に関する問題の大半にも応えられるようになった。

この外部計算資源利用の検証は 2020 年度には Mint のインターネット直接接続ができなかったため擬似的なものに留まっていたが、2021 年度は実際のインターネット環境で検証が行えた。マグネシウムの疲労予測ワークフローは課題①-1 で開発しており Mint には未実装であるため、検証には東京大学榎研で SIP 第 1 期に開発され Mint へ実装済である鋼材の疲労性能予測ワークフローを代替の例題として用いた。この鉄鋼版ワークフローには、東京大学にライセンスされた有償ソフトウェアを利用する部分が含まれているため、この部分を東京大学榎研の計算機で処理するよう改造したモジュール（以下「外部計算モジュール」）を作成し、このモジュールに差し替えたワークフロー（以下「外部計算ワークフロー」）も作成した。この外部計算ワークフローを、有償ソフトウェアのライセンスを所持している東京大学榎研のメンバーが Mint で実行すると、外部計算モジュールに差し掛かったところで、榎研の計算機が自動的に必要なデータを受け取って有償ソフトウェアで処理を行い、結果を Mint に返すことができた。

さらに、将来的なクラウドの利用を想定して、AWS（Amazon Web Service）の仮想計算機も外部計算資源として利用する検証を行った。外部計算の実行環境を AMI（Amazon Machine Image）として準備しておき、外部計算モジュール内で当該 AMI からインスタンス（使い捨ての仮想計算機）を起動できる機能を実装した。

これまでの検証によって、課題①-1 でマグネシウムの疲労性能予測ワークフローが完成したときは、Mint 上で外部計算を含めたワークフローを実行できる準備が整った。



MIntサーバは「DB」や「ソフトB」を含まない。
内部にアクセスすることもできない。
ISMA成果のワークフローは、アクセス権を参画機関に限定することも可能。

図 3-2.5.8-15 外部計算機能の活用を含む Mint の利用イメージ

②-1 難燃性マグネシウム合金データベースを活用した信頼性予測のためのデザイン設計【産業技術総合研究所、再委託先：東京大学（白岩）】

2つの研究成果を得た。ひとつは、文献データに基づくマグネシウム合金の疲労強度予測であり、もうひとつは①-1において開発された疲労計算モジュールを用いた難燃性マグネシウム合金溶接継手の疲労性能予測である。

文献データに基づくマグネシウム合金の疲労強度予測では、マグネシウム合金の化学組成（Al, Zn, Mn, Ca, Fe, Ni, Cu, Zr）と引張強度、降伏応力、破断伸び、疲労強度（繰返し数 10^7 回における強度）の実験データを学術誌に掲載された論文から収集した。使用した文献は、1984～2020年に出版された合計113個の論文である。データのばらつきを抑えるために、強加工材や複雑形状の試験片、多軸疲労試験などを除外し、押出材の軸疲労試験に限定した。力学特性のデータ数は引張強度が最も多く149件であった。一方、疲労強度のデータは48件と少なかった。そこで、比較的データ量の多い引張強度について機械学習モデルを構築し、その結果を転移学習することで、データ数が少ないマグネシウム合金の疲労強度を予測することを検討した。ニューラルネットワークの構造（層数、各層の要素数、活性化関数）はベイズ最適化により決定した。学習には、Levenberg-Marquardt（LM）法にベイズ推定を組み合わせた手法を用いた。転移学習では、最後の隠れ層以外の重み \mathbf{w} を学習済みの引張強度予測モデルと同じ値に固定した。学習は、疲労強度データを用いてLM法により行った。また比較のため、転移学習せずに、疲労データのみを用いて同じネットワーク構造で学習することも試みた。結果を図3-2.5.8-16に示す。直接学習した場合には、重み \mathbf{w} やバイアス \mathbf{b} の数に対してデータ数が少ないために、予測精度が低かった。一方で、学習済みのモデルを用いて転移学習した場合には、予測精度が向上した。したがって、マグネシウム合金の疲労強度予測においても、転移学習が有効であることが示された。さらに、入力となる化学組成を変化させる仮想実験により、各合金成分が疲労強度にどのような影響を与えるか検討した。これらの成果は、新規マグネシウム合金を開発するとき、疲労強度を高速に見積もることができる点で意義がある。

疲労計算モジュールを用いた難燃性マグネシウム合金溶接継手の疲労性能予測では、①-1において開発された疲労寿命計算を繰返し行い、その結果をデータベース化した。得られたデータベースに対して機械学習やマルコフ連鎖モンテカルロ（MCMC）法といった情報学的手法を適用することで、計算コストの高い結晶塑性有限要素解析を行わずに、溶接継手の疲労性能を予測することを試みた。疲労き裂発生予測では、止端形状を考慮したモデル（Model A）と溶接欠陥を考慮したモデル（Model B）について、結晶塑性有限要素解析を行わずに、マクロモデルの有効応力振幅から疲労き裂発生寿命を予測する回帰式を得た（図3-2.5.8-17(a)）。得られた回帰式を用いて、ギャップやオーバーラップといった溶接欠陥が疲労寿命に与える影響を評価した。一例として、難燃性マグネシウム合金AX41の重ね溶接継手について、母材間ギャップを様々に変化させたときの疲労寿命を計算した結果を図3-2.5.8-17(b)に示す。結晶塑性有限要素解析を行わずに、低い計算コストで各条件における疲労寿命を予測することができた。また得られた結果はアルミニウム合金継手のISO規格（ISO 10042:2018）における溶接品質等級と矛盾しないものであった。マグネシウム合金溶

接継手に関する溶接品質等級はあまり整備されていないため、本手法により、難燃性マグネシウム合金溶接継手の各溶接欠陥が疲労性能に与える影響を見積もることができることの意義は大きい。さらにマルコフ連鎖モンテカルロ（MCMC）法を用いて、疲労特性が優れる（または劣る）溶接部形状のデータを人工的に生成することで、止端部形状や溶接欠陥が疲労寿命に与える影響を可視化する手法を提案した。現場で使用される溶接継手には様々な欠陥が導入されうるため、それらが疲労寿命に与える影響を可視化する本手法は、構造体の長期信頼性を確保するために有効である。

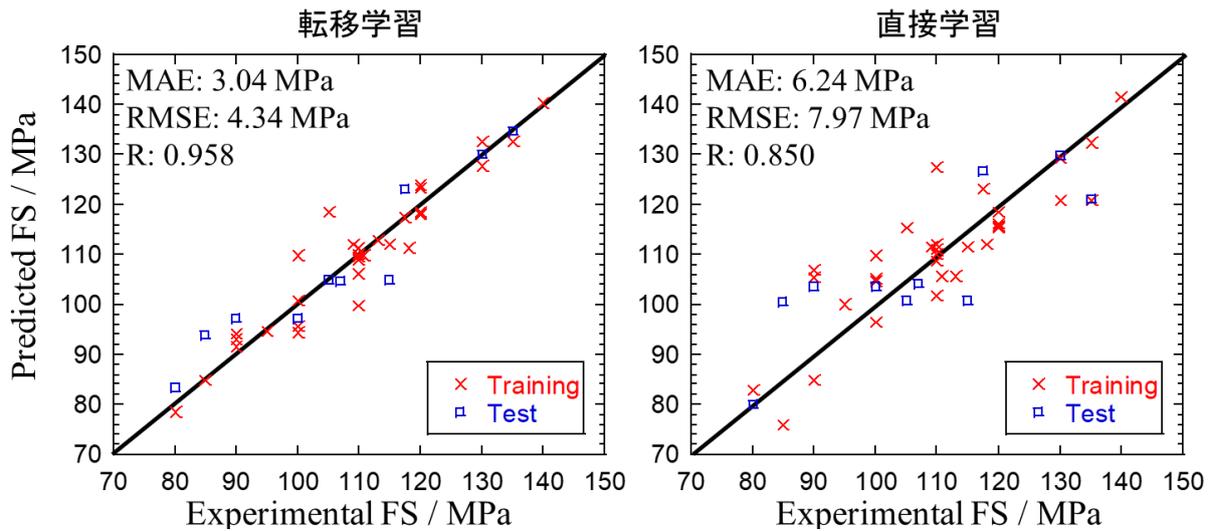


図 3-2.5.8-16 転移学習と直接学習による疲労強度の予測結果

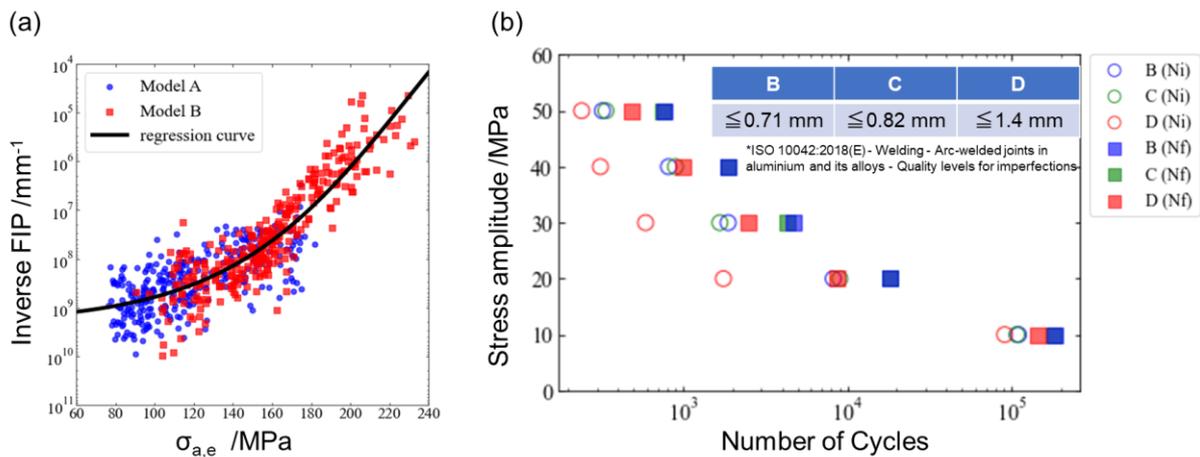


図 3-2.5.8-17 (a)疲労き裂発生予測の回帰曲線（Model A: 止端形状考慮モデル, Model B: アンダーカット考慮モデル）、(b) 重ね溶接継手の母材間ギャップと疲労寿命の関係

②-2 難燃性マグネシウム合金の機械的特性および疲労特性データベース及びモデル式の構築【産業技術総合研究所、物質・材料研究機構、三協立山、権田金属工業、住友電気工業、不二ライトメタル、再委託先：戸畑製作所、長岡技術科学大学（鎌土）】

本サブテーマでは、「革新的マグネシウム材」の研究開発（テーマ 15～20、テーマ 34, 35）で取得してきたデータの紐付け作業を実施した。具体的には、易加工性マグネシウム合金（押出材）および高強度マグネシウム合金（押出材、薄板材、中板材）を開発する過程で得られた材料組成、組織（晶出物分布、結晶粒径、集合組織）、プロセス（材料製造条件）、機械的特性及び疲労特性に関するデータの紐付け作業を実施した。加えて、2018 年度までに未取得であった疲労データについては、新たに本テーマ内で取得を行い、紐付け作業に供した。

紐付け作業にあたっては、テーマ②-7「データベースの MI システムへの組み込み及び使い込み」と連携し、上記の入力値及び出力値を入力するための統合テンプレートを作成した（テンプレートのイメージ図を図 3-2.5.8-18 に示す）。また、理論と経験に基づく特性予測式（機械的特性）を導出するために必要となる情報を収集した。

以下、各分室、再委託先で実施した研究事項を記す。

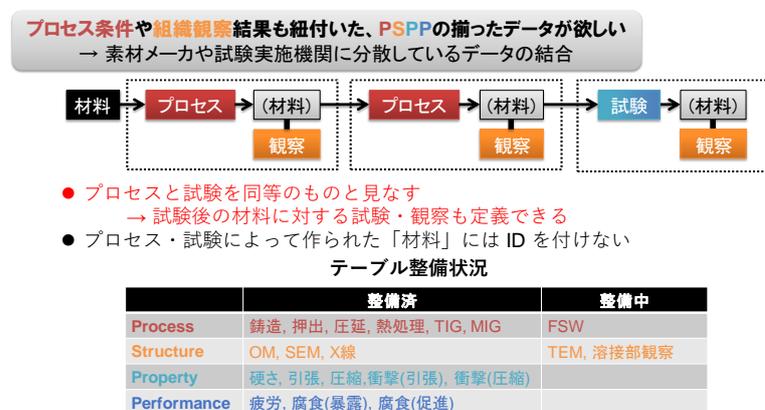


図 3-2.5.8-18 難燃性マグネシウム合金の機械的特性、疲労特性等統合テンプレートの作製状況イメージ図

(1) 産業技術総合研究所

2018～2019 年度は、高強度マグネシウム合金押出材(AX92)、高強度マグネシウム合金中板材(AX81G)の最適組成を導出する上で、ラボレベルで作製した組成及び組織の異なる合金を対象として、組織および機械的特性の紐付け作業を行った。AX92 に関しては異なるプロセス条件（押出温度）で作製した合金のデータを、AX81G に関しては主要元素濃度を変化させて作製した合金のデータを活用した。次に、固溶強化、集合組織強化、結晶粒強化を加味した、難燃性マグネシウム合金展伸材の降伏応力に関する、理論と経験に基づく特性予測式を作製した。また、過去の文献値や実験データを用いて、特性予測式の妥当性を検証した。さらに、AX92 合金および AZX611 合金を対象として、これまでの実施した平面曲げ疲労試験のデータを対象として、組織および疲労特性の紐付け作業を行った。

2020 年度は、2019 年度に続き、産総研で作製したラボデータに関して、組成、組織、機械的特性の紐付け作業を行った。平面曲げ疲労試験に関しては、AX29 合金母材（45°方向）実験データを新たに作製するとともに、各種溶接継手の疲労データについて、MI システムへの打ち込みを実施した。

2021～2022年度は、開発した新規難燃性高強度合金（AX92合金押出材、AX81G圧延材）について、各種MIG溶接接手の平面曲げ疲労特性を評価した。これまでは単純形状の形材（圧延材）の突合せ溶接継手の疲労特性を評価していたが、2021年度はダブルスキン形材のMIG溶接を想定した継手の疲労特性を評価した。そこでは、応力比を0及び-1に設定した際の特性を評価するとともに、溶接の余盛りの有無の影響や、R=0の条件に関しては、溶接余盛りの向きの影響を調査した。

(2) 物質・材料研究機構

易加工性マグネシウム合金押出材（AX41）のなかでも、種々の形状を有するダブルスキン材について力学特性評価と主に走査電子顕微鏡(SEM)やEBSDによる微細組織解析を行い、本研究開発で作成した統合テンプレートへのデータ入力を実施した。また、これまでのマグネシウム合金押出材に関連する過去の文献を調査し、本プロジェクトによってカバーされていない種々の合金のプロセス条件や組織、特性のデータの注入を完了した。

(3) 三協立山（株）

2018～2019年度は、易加工性マグネシウム合金押出材（AX41）の各種製造プロセス条件と、作製した押出材の機械的特性の測定結果を抽出し、本研究開発で作成した統合テンプレートへのデータ入力を実施した。そこでは、易加工性マグネシウム合金押出材（AX41）の各種製造プロセス条件と、作製した押出材の機械的特性の測定結果を抽出し、本研究開発で作成した統合テンプレートへのデータ入力を実施した。2019年度は、前記開発合金に加えて、汎用の難燃性マグネシウム合金押出材（AZX611等）の各種製造プロセス条件データの抽出、追加も行った。また、当社製造材を用いて研究開発を行った参画機関がこれまでに得た各種特性データ（接合材の機械的特性データや表面処理材の耐食性データ等）と、当社での製造プロセス条件データとの紐付け作業を進めた。データを格納する統合テンプレートについては、ノウハウとなる機密データと開示可能なデータを明確に定義するフォーマット改良も継続的に実施した。

2020年度は、これまでに取得した押出材の母材および各種溶接材の平面曲げ疲労特性データを対象とし、当該材の製造プロセス条件データとの紐付けを行いながら、統合テンプレートへのデータ入力・追加を行った。また、2019年度に引き続き、当社製造材を用いて研究開発を行った参画機関がこれまでに蓄積した各種特性データ（接合材の機械的特性データや表面処理材の耐食性データ等）と、当社での製造プロセス条件データとの紐付け作業を進めた。データを格納する統合テンプレートについては、つくば千現分室（NIMS）と連携したフォーマット改良も継続して実施した。

2021～2022年度は、実際の高速度車両構体の設計に資する、AX41合金押出材の各種MIG溶接接手の平面曲げ疲労特性データを対象とし、当該材の製造プロセス条件データとの紐付けを行いながら、統合テンプレートへのデータ入力・追加を行った。データを格納する統合テンプレートについては、つくば千現分室（NIMS）と連携したフォーマット改良も継続して実施した。また、自動車用押出合金として開発した高強

度時効硬化型合金に係る製造プロセス条件データについても、統合テンプレートへの入力を追加することにより、機械学習ベースの特性予測の精度向上に繋がるデータベースの整備と充実を図った。

(4) 不二ライトメタル（株）、（株）戸畑製作所

2018～2019年度は、データベースおよびモデル式の信頼性および予測精度を強化するため、高強度マグネシウム合金（AX92）を開発する際に取得したプロセス条件について抜け等が確認されていたデータを取得し、データベーステンプレートへの追記を行った。また、2019年度に製作した各種特性調査用板材を押出にて製造した際のデータをテンプレートに追記した。さらに、今後の材料開発における特性予測の向上に繋げるため、開発合金の主要元素量を調整して取得したデータの紐付け作業を行った。

2020年度は、データベースおよびモデル式の信頼性および予測精度を強化するため、高強度マグネシウム合金（AX92）およびそのチューニング合金を開発する際に取得したプロセス条件についてデータを取得し、データベーステンプレートへの追記を行った。また、2020年度に製作した疲労試験片取得用形材を押出にて製造した際のデータをテンプレートに追記した。さらに、疲労試験片取得用形材および連結器取付部材について加熱して荷重をかけることで矯正を行う際にデータを取得した。

2021～2022年度は、データベースおよびモデル式の信頼性および予測精度を強化するため、高強度マグネシウム合金（AX92）およびそのチューニング合金を中心に各種プロセス条件でサンプルを作製した。これらに対して各種試験および評価を行い、データを蓄積した。また、新規の形材も製作し、従来の形材との比較を行った。

(5) 権田金属工業（株）

2018～2019年度は、AX81合金および端材や切削粉を用いた鋳造材の特性や成分、圧延加工では圧下率ごとの組織、機械的特性、集合組織データを調査し、加工プロセスと紐づけてデータベーステンプレートへ入力した。実機スケールでは昨年引き続き、幅方向と長さ方向での各圧下率におけるデータを取得しており、製造プロセスのバラツキも考慮した圧延条件や組織及び特性の整理を行う。合金組成が同一でも、ロール速度や1パス当たりの圧下率が異なるだけで組織形態が大きく異なり、室温成形性に及ぼす集合組織の影響が大きいことが分かり、加工プロセスと諸特性についてデータ取得を行った。これまで実施してきた平面曲げ疲労試験結果を対象として、圧延プロセスや組織と疲労特性を紐づけ、データ入力を行った。疲労試験では各分担研への組成入力、鋳造条件入力についても対処した。

2020年度は、2019年度に続き、圧延データおよび材料出荷データとプロセス条件を特性データと紐付けた。平面曲げ疲労試験は、AX81合金母材（45°方向）およびMIG、TIG、FSW継手材の応力比 $R=-1, 0, -0.5$ のデータを入力した。MIG余盛形状データと各部の硬さおよび組織を取得した。AX81合金圧延材では、プロセス途中での特性値の入力を行った結果、幅広化に伴い圧延加工後半で特性低下と予期せぬ組織変化が認められ、加工プロセス改善箇所を入力データから予測した。圧延加工プロセ

スの改善により、テーマ 35 の目標も達成できた。板材を幅広化しても強度と延性を両立できる条件、操業圧延機を用いた幅広化、長尺化を実施した圧延結果および圧延因子を種々組み合わせたプロセスと特性データを入力しデータベースの構築に寄与できた。(2020 年度をもって、本テーマの作業を完了した。)

(6) 住友電気工業 (株)

2018 年度は、本プロジェクトで開発合金の組成、プロセス条件、組織データ、引張試験データ等の実験データを整理し、テンプレートへの入力を行った。また、2019 年度は、当該開発合金の疲労強度データを提供し、データベースの充実に寄与した。(2019 年度をもって、本テーマの作業を完了した。)

(7) 長岡技術科学大学 (中田先生)

2018～2019 年度において、難燃型 Mg-4Al-1Ca-0.2Mn(AX41 改)に種々の条件で熱処理や鍛造加工、押出し加工を施し、結晶粒径や再結晶率、集合組織の異なる押出し材を作製し、機械的特性に及ぼす組織因子の定量的な関係を調べた。引張降伏強度は再結晶粒径および集合組織に強く依存する。圧縮降伏強度も再結晶粒径に強く依存するものの、集合組織の影響は小さいことを確認した。また、圧縮試験時、粗大な未再結晶粒中に引張双晶が容易に生じることから、未再結晶粒が残留すると圧縮降伏強度は低下し、降伏異方性の原因になることも実証した。以上の実験結果から、難燃型 Mg-4Al-1Ca-0.2Mn(AX41 改)合金押出し材の強度特性改善および降伏異方性の改善には微細かつ均一な結晶組織の創り込みが必要であることがわかった。(2019 年度をもって本テーマの作業を完了した。)

②-3 難燃性マグネシウム合金溶接継手の機械的特性および疲労特性モデル式の構築【総合車両製作所、再委託先：木ノ本伸線、大阪公立大学】

様々な条件下における溶接継手の作製を総合車両製作所および木ノ本伸線にて行い、その機械的特性および疲労特性の評価を総合車両製作所および大阪公立大学にて行うことにより、継続してデータを取得した。

また、「革新的マグネシウム材」の研究開発および本研究開発において取得された難燃性マグネシウム合金 MIG (Metal Inert Gas) 溶接継手および TIG (Tungsten Inert Gas) 溶接継手において得られた、溶接条件 (溶接電流、溶接速度等) や母材組成、母材製造条件、溶加材組成などの溶接プロセス、結晶粒径、溶質元素種および濃度、晶出物分布、集合組織、欠陥分布などの継手組織、機械的特性、疲労特性に関するデータの紐付け作業を継続して実施した。

さらに、これまでに収集したデータベースを利用して、機械的特性を予測するための、理論と経験に基づく予測式を導出した。2018 年度は、機械学習による疲労特性予測も実施した。その結果を図 3-2.5.8-19 に示す。得られたデータは高寿命側での誤差が大きかった。これは、疲労試験を 10^7 回で打ち切った未破断の試料データを用いたためであると推測されさらなる検討を行った。

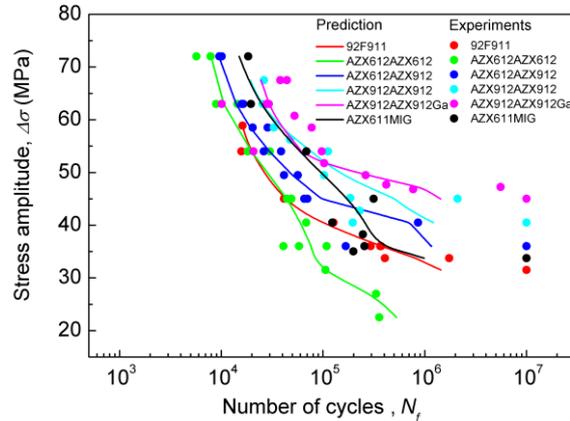


図 3-2.5.8-19 機械学習により予測された Mg 合金
MIG 溶接継手の疲労寿命予測結果

2019 年度は、MIG 溶接継手の機械的特性について検討を行った。MIG 溶接継手の機械的特性には、母材組成、溶加材組成、溶接電流、溶接速度などの溶接条件、それらに起因する結晶粒径、第 2 相量および分布、ミクロ欠陥などの微細組織、溶質元素固容量などの因子が影響することが明らかになりつつある。そこで、いくつかの因子に着目し、予測式の導出を行った。図 3-2.5.8-20 に母材 AZX912 に対して様々な Al 添加量の溶加材を用いて溶接した MIG 溶接継手の継手強度を示す。溶加材中の Al 濃度が高くなるにつれて強度が上昇し、9%を添加すると強度が低下することがわかる。

Al 濃度 8%までの強度の向上については、次式に示す、固溶強化により説明できる。

$$\sigma_{0.2} = M \frac{3^{2/3}}{4} \left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right)^{4/3} \mu |\varepsilon|^{4/3} c^{2/3} \left(\frac{w}{b} \right)^{1/3} + \sigma_{\text{matrix}} + kd^{-1/2}$$

ここで、 $\sigma_{0.2}$ は 0.2%耐力、 M はテイラー因子、 ν はポアソン比、 μ は剛性率、 ε は溶質原子のミスフィットひずみ、 c は溶質元素濃度、 w は転位と溶質原子の相互作用パラメータ、 b はバーガースベクトルの大きさ、 σ_{matrix} は摩擦応力 (=8MPa)、 k は比例定数 (=220MPa)、 d は結晶粒径である。溶接継手の結晶粒径は 100 μm 以上と粗大であることから、継手強度は結晶粒径には大きな影響を受けない。そのため、溶質元素濃度に比例して強度が上昇する。一方、Al 濃度が 9%の場合、強度が低下する。これは、金属間化合物である $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ の晶出に起因するものであると考えている。Al 濃度が 9%になると $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 体積分率が約 4 倍になり、それによって延性および継手強度の低下が生じることが明らかになった。

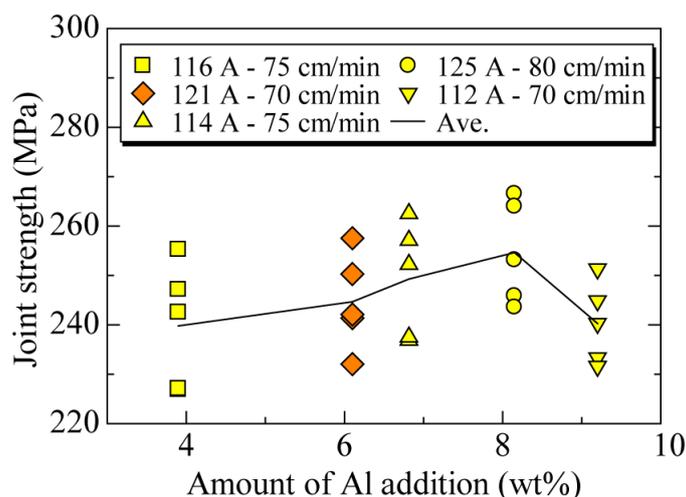


図 3-2.5.8-20 AZX912 MIG 溶接継手の継手強度と溶加材中の Al 濃度の関係

2020 年度は溶接条件と継手強度の関係について、機械学習を用いた妥当性について検証した。図 3-2.5.8-21 に機械学習により予測された溶加材 Al 添加量および入熱量と強度の関係を示す。入熱量が増加すると、グラフのピークすなわち最適な溶加材 Al 添加量は低い方へシフトしていく傾向が確認できる。また、低入熱量 (1.63 kJ/cm) では溶加材アルミニウム添加量 8.5 wt% 付近に強度のピークが存在するが、高入熱量 (2.09 kJ/cm) ではアルミニウム添加量増加とともに強度が減少するようなグラフとなった。この予測から MIG 溶接における溶加材アルミニウム添加量の増加による固溶強化に伴う強度向上は、低入熱量時かつ溶加材アルミニウム添加量が 8.5 wt % 程度までの場合に大きな効果が期待できる強化手法であることがわかる。これは実験結果とも一致している。ピーク以降の強度の低下は晶出物量の増加による強度低下である考えられる。また、入熱量の増加による強度低下が、溶加材アルミニウム添加量が 8 wt% 以上の領域では顕著にみられた。一方、それ未満のアルミニウム添加量では入熱量の影響は小さくなり、アルミニウム添加量 7 wt % 付近で低入熱量 (1.63 kJ/cm) と中入熱量 (1.86 kJ/cm) での差が非常に小さくなる。添加量 4 wt% 付近では低入熱量と中入熱量の違いによる強度の差異があまり見られなくなったが、高入熱量域では大きく強度が低下した。この挙動より、溶加材のアルミニウム添加量が最適な入熱量を決定することが確認できた。この要因として、Mg-Al₂ 元系においてアルミニウムの割合が増加すると融点が低下することが挙げられる。溶加材のアルミニウム添加量の増加は、融点低下に伴う最適入熱量の低下につながると考えられる。

図 3-2.5.8-22 に機械学習による予測値と実験値の比較を示す。各破線は入熱量別の予測値を示す。実験値のうち黒抜きの 4 点はモデルの学習に使用した条件であり、それ以外の 10 点は学習に使用していない条件を示している。この結果をもとに、母材に AZX912 を用いた MIG 溶接においては、入熱量が 1.63 kJ/cm、溶加材 Al 添加量が 8.5 wt% の場合が最適な溶接条件であることが予測された。この条件で実際に作成した試料の引張強度の実験値は 254.6 MPa であった。これは、本研究における AZX912 母材を用いた MIG 溶接継手のなかで最高効率であった。

実験値は、低入熱量時にはアルミニウム添加量が 8 wt%の時にピークをとり、高入熱量時にはアルミニウム添加量の増加に伴い強度が低下する傾向を示した。この実験結果が図 3-2.5.8-20 に示す予測と近い挙動であることから、機械学習の精度に加え、実験的な観点からも本モデルの予測が妥当であることが示された。

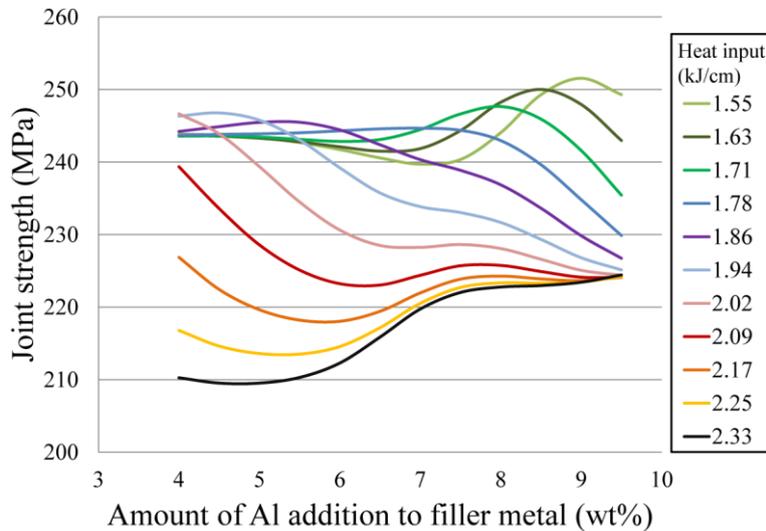


図 3-2.5.8-21 機械学習により予測された溶加材 Al 添加量および入熱量と強度の関係

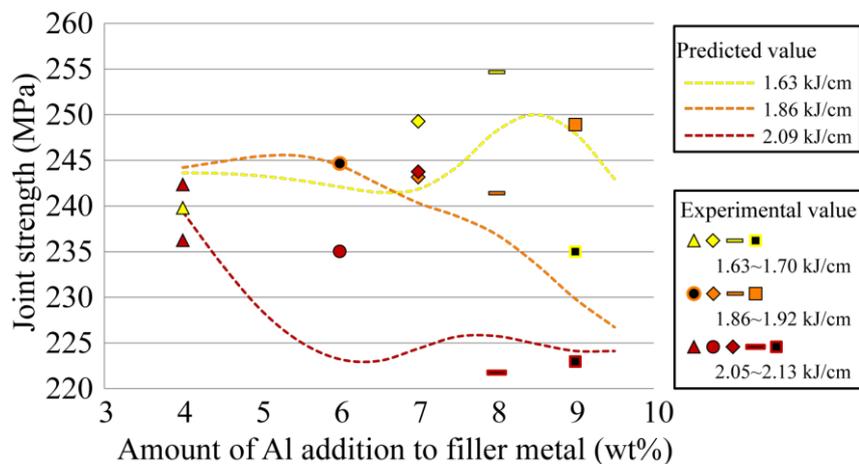


図 3-2.5.8-22 AZX912MIG 溶接継手の継手強度と溶加材中の Al 濃度の関係の機械学習による予測とその検証結果

2021 年度は溶接プロセスによる欠陥形成の変化を示すための分析方法についての検討を行った。これまでに、溶接継手について X 線透過試験を行ってきたが、0.2mm 程度以上の欠陥しか観察できなかった。そこで、分解能を上げた X 線透過試験の拡大撮影を試みた。図 3-2.5.8-23 に結果の一例を示す。分解能を上げた X 線透過試験の拡大撮影により、0.05mm 程度の微小な欠陥が観察可能となった。これにより、破壊の起点となる欠陥の 2 次元座標を明らかにすることができた。さらに、欠陥の奥行き方向の座標を決定するために、3 次元 X 線 CT 試験の条件最適化を行った。図 3-2.5.8-24 に結果の一例を示す。X 線透過試験と 3 次元 X 線

CT 試験により、欠陥の 3 次元座標を特定可能となった。2022 年度はこの結果を用いて、欠陥からのき裂進展挙動を明らかにし、特性予測式に反映した。

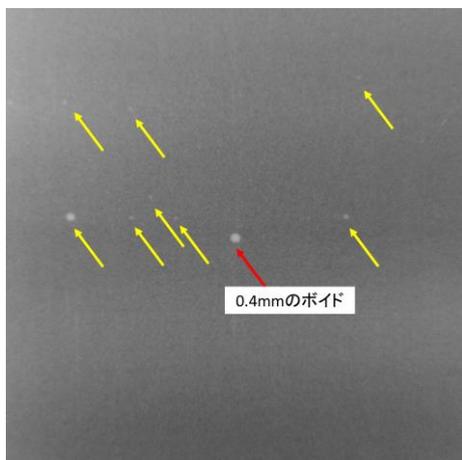


図 3-2.5.8-23 分解能を上げた X 線透過試験の拡大撮影により観察された MIG 溶接体の欠陥

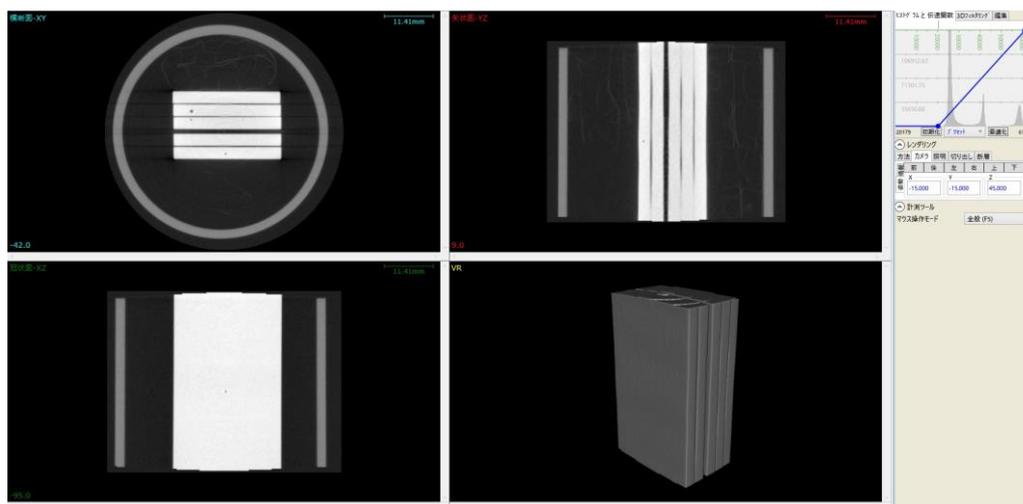


図 3-2.5.8-24 3次元 X 線 CT 試験により観察された MIG 溶接体の欠陥

②-4 難燃性マグネシウム合金母材の耐食性を予測するためのモデル式の構築【産業技術総合研究所、大日本塗料、再委託先：ミリオン化学】

(1) 難燃性マグネシウム合金腐食データベースへの構築

テーマ 60 では、マグネシウムの信頼性を担保するため、屋外大気暴露のデータベースの構築を主体に実施した。ここでは、テーマ 19「難燃性マグネシウム合金の耐食技術の開発」(2014 年度～2017 年度)～テーマ 35「革新的マグネシウム材の鉄道車両への適用技術開発」(2018 年度～2020 年度)で実施してきた暴露試験を、2021 年度以降はテーマ 60 に引き継ぐ形で、長期間に亘る暴露懸架とその評価・解析を実施した。本暴露は、沖縄・銚子、直接・遮蔽の 2 拠点・2 方式で実施した。(暴露試験の詳細仕様はテーマ 19・35 の暴露内容を参考にされたい)

ここでは屋外暴露試験の結果をとりまとめた結果を紹介する。なお、以下の解析は暴露結果(腐食減量・腐食深さ：各 105 データ)を基に進めたものである

始めに、母材の試験結果(1, 3, 5 年(銚子、沖縄))をまとめて上記(図 3-2.5.8-25、3-2.5.8-26)に示す。腐食減量に関しては、いずれの場合も暴露 5 年目にてより大きな値を取った。また 2018 年度に 3 年経過品(テーマ 35)でも報告した様に、合金中の Al 濃度が高くなるにつれて耐食性が向上すること、Ca 添加は全体的に合金の耐食性を低下させることが確認できた。また、直接暴露では沖縄よりも銚子のほうが高い値を示す傾向があることも一致していた。なお暴露方式の差異に関しては、直接暴露下に比べて遮蔽暴露下ではやや少ない傾向にあるものの、AX92 のみ遮蔽暴露下でより大きな値を示した。この要因については、合金中の析出物 Al_2Ca (大きさ、量、分布) と環境との相互作用に依存すると考えられる。なお、比較材として用いた A6N01 アルミニウム合金の腐食減量はマグネシウム合金に比べ小さかった。

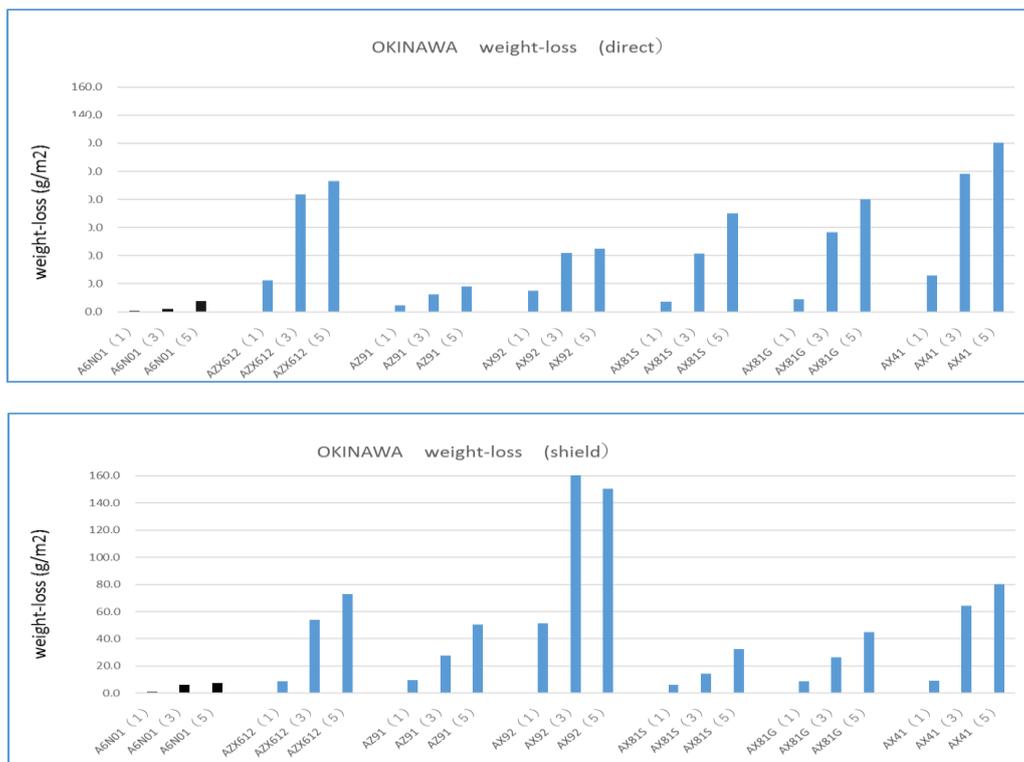


図 3-2.5.8-25 腐食減量の評価(沖縄) 上図：直接暴露、下図：遮蔽暴露

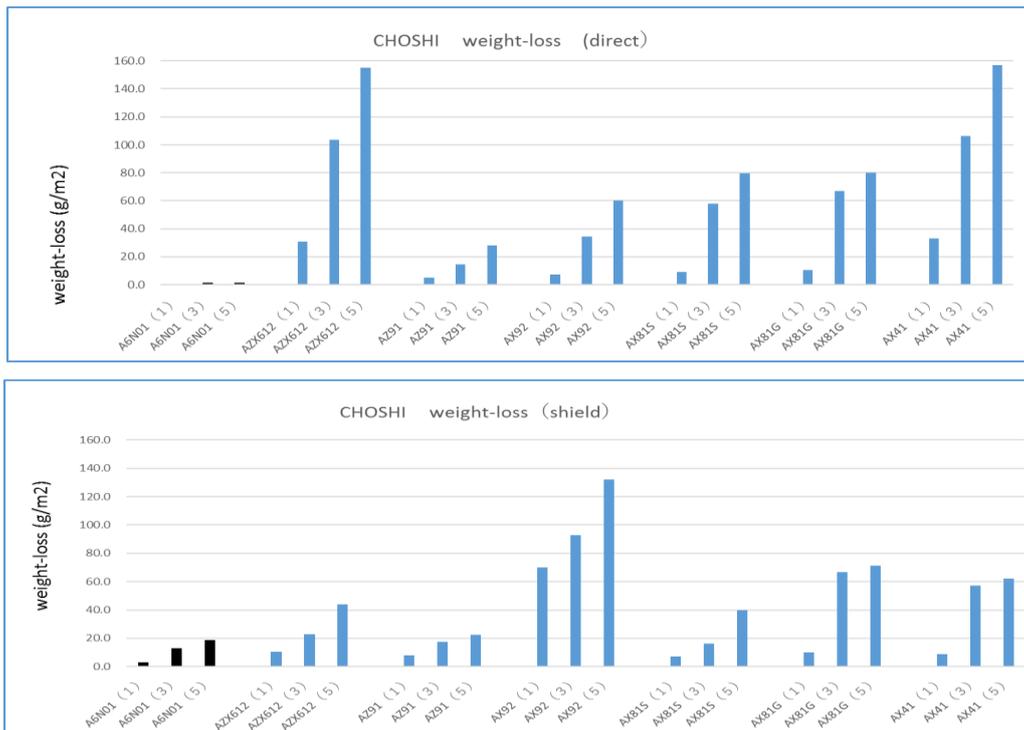


図 3-2.5.8-26 腐食減量の評価（鉋子）上図：直接暴露、下図：遮蔽暴露

ついで、腐食による強度変化（破壊）等の開始点となり得る「腐食深さ」につき比較評価した（図 3-2.5.8-27、図 3-2.5.8-28）。腐食深さは試験片表面全体を 3D 表面形状計測装置で測定し、最大値 5 点の平均値を用いた。マグネシウムの材質間の差については、腐食減量と同様な傾向が認められた。また直接暴露より遮蔽暴露の方が大きな値を示した。この原因として、遮蔽暴露環境では雨水による洗浄がなく飛来塩分が表面濃縮しやすいためと推察される。表面の塩分が結露を招き、高濃度の塩化物イオンによる局部腐食を誘引したと考えられる。一般にアルミニウム合金は優れた耐食性を示すが、孔食等の局部腐食を招来しやすいことが知られている。本調査においても比較材である A6N01 アルミニウム合金が重量減量では小さな値を示すのに対し、腐食深さではマグネシウム合金と同程度に達していた。この点で Al 濃度が高いマグネシウム合金 (AZ91D, AX92) がアルミニウム合金とやや類似した腐食挙動を示すことは興味深くさらなる調査が望まれる。

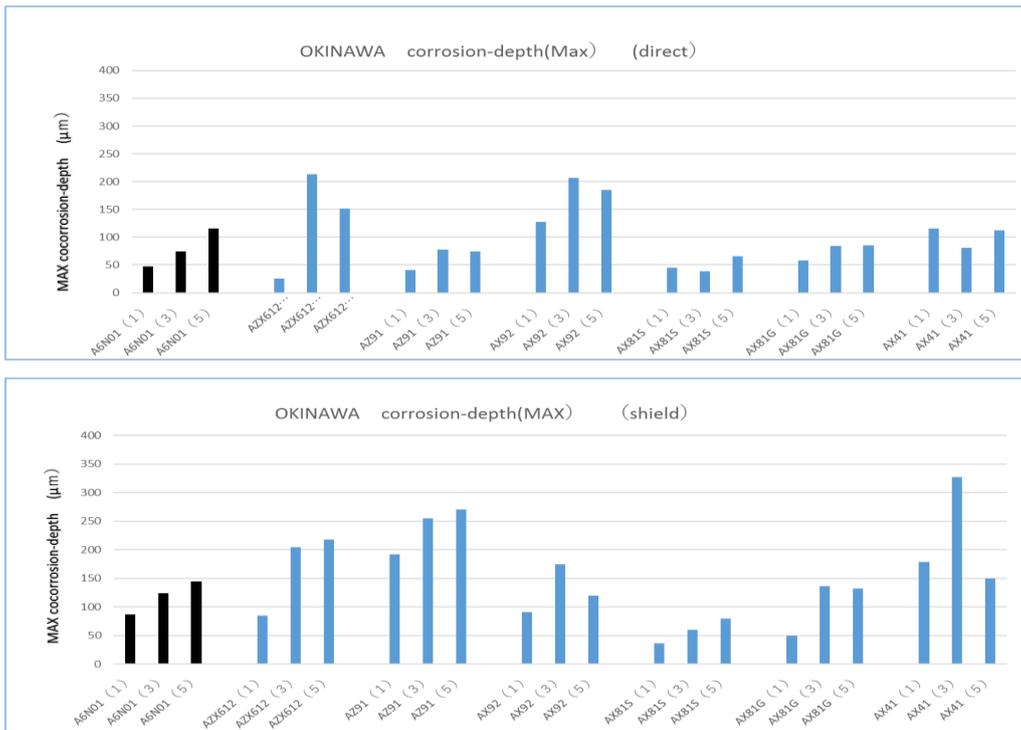


図 3-2.5.8-27 最大孔食深さの評価（沖縄）上図：直接暴露、下図：遮蔽暴露

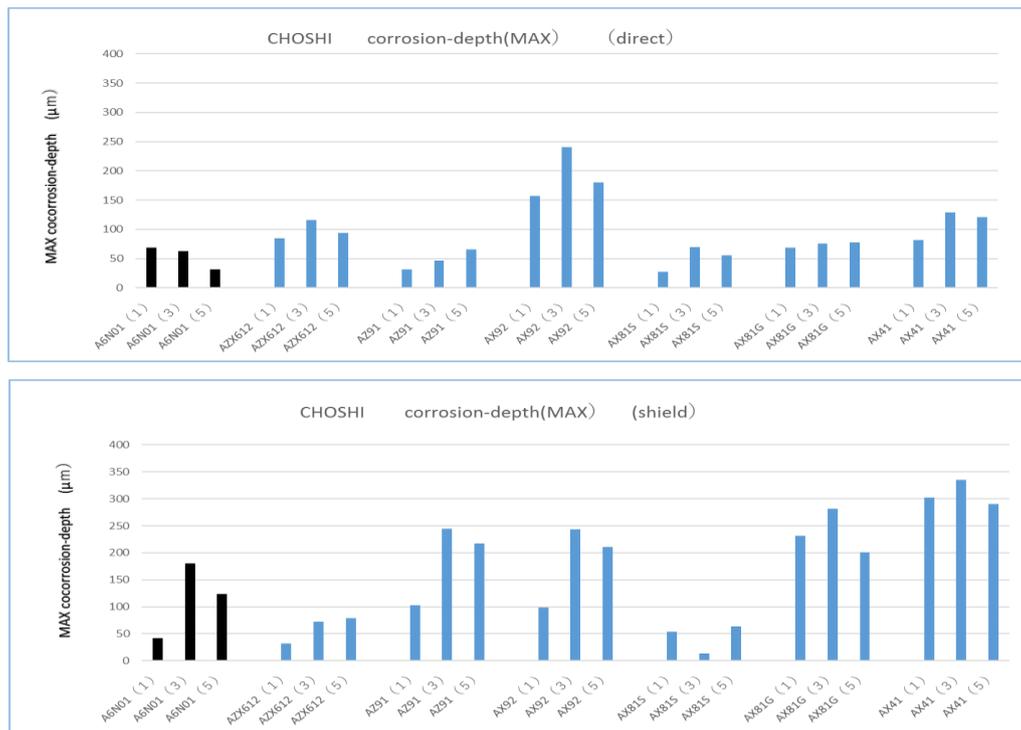


図 3-2.5.8-28 最大孔食深さの評価（銚子）上図：直接暴露、下図：遮蔽暴露

本プロジェクトでは、【接合材】の暴露試験も実施した。接合材に関しては、1年および3年大気暴露したMIG溶接材およびTIG溶接材（余盛り除去）の腐食評価を実施した。従来研究より、溶接部(WZ)および熱影響部(HAZ)は母材(BM)とは異なるマイクロ組織を有し、腐食に影響を与えることが知られている。そこで図 3-2.5.8-29 に示すよ

うに、試験片の 3 か所の腐食深さ測定により溶接部の腐食挙動を評価した。測定には 3D 表面形状測定器(VR-5000:KEYENCE 社製)を用いた。合金組成が左右異なる異材溶接品は反対側も測定した。図 3-2.5.8-30 に結果の一例を示す。表記は、母材/溶加材/母材とし、異材溶接品の場合、母材 1/溶加材/母材 2 の下線部の BM-HAZ-WZ の組み合わせを示す。直接暴露 1 年における腐食深さは多くの場合 50 μm 以下であった。遮蔽暴露の場合、全体的に直接暴露に比べて大きな値を示したが、溶接部 (WZ, HAZ) が母材(BM)に比べて腐食する兆候は認められなかった。

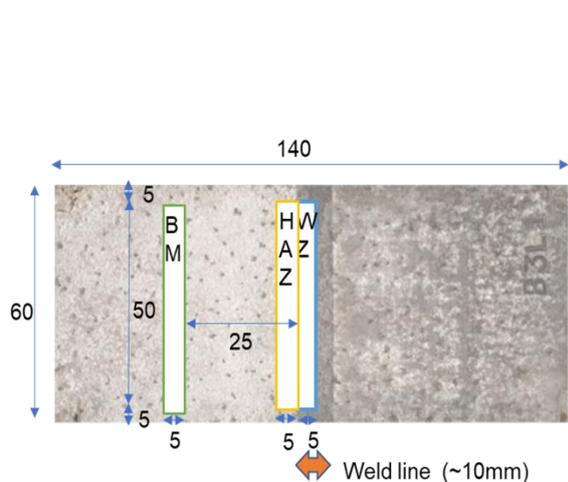


図 3-2.5.8-29 溶接試験片の腐食深さ測定箇所 (単位:mm)

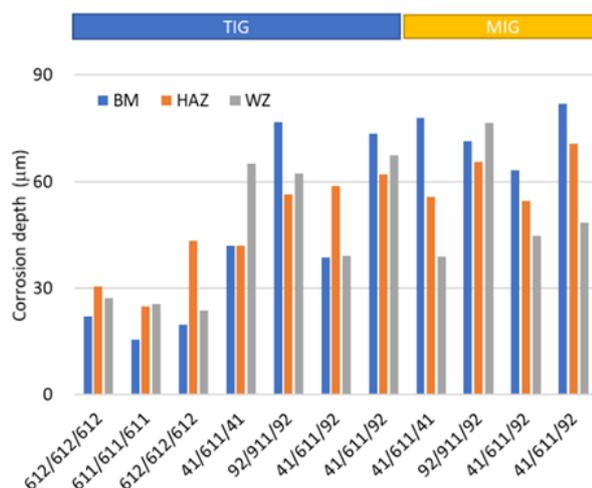


図 3-2.5.8-30 溶接試験片の腐食深さ (銚子 1 年遮蔽暴露)

更に高速車両構体ではダブルスキンと呼ばれる押し出し構造部材(図 3-2.5.8-31)が使用され、その内面腐食が懸念される。よってこちらも暴露評価 (3 年)を実施した。暴露は『端面を封じたもの』『開放系のもの』『一部水抜き穴を設けたもの』について評価を実施した。

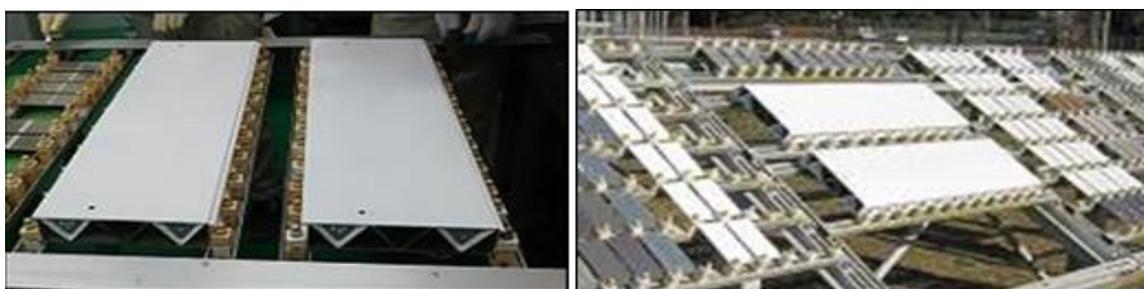
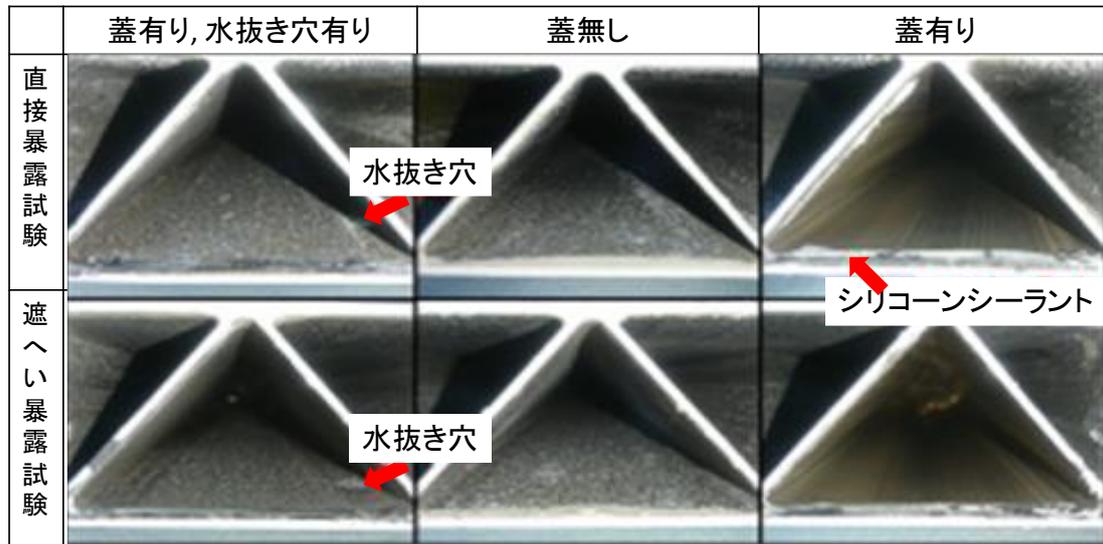


図 3-2.5.8-31 ダブルスキン材の懸架状況

その結果、市販品 (AZX611)、新規開発合金 (AZ41) 共に、雨水が混入する開放系の端部や水抜き穴周囲を除き、著しい腐食は認められなかった。ゆえに、密封状態であれば、雨水や結露による水分の影響を受けない限り、内面腐食は起こりにくいこと

が分かった。(図 3-2.5.8-32)。同時に先行テーマ(19, 30)で実施した腐食機構の解析の如く、「マグネシウムの腐食は水分に大きな影響を受ける」という裏付けも本暴露で確認された。



- ・完全密封状態であれば、腐食は認められない(右図; 蓋有品)
- ・解放系や水抜き穴の周囲には、腐食を確認(左図:蓋有/水抜き穴有・中央図; 解放系)
 ⇒但し、いずれもトラス深部では(奥に行く程)腐食は認められず

図 3-2.5.8-32 ダブルスキン材の内面腐食状況

【表面処理材(化成処理・塗装)】に関しては、母材別・表面処理仕様別(素材種・化成処理の有無・塗装仕様)・暴露地・暴露方法別に評価を実施した。

特に鉄道車両構体では、用途別に様々な新規開発合金が使用され、その使用環境や部位に応じて塗装仕様も変更となる。具体的には①車両外板に関しては、接合部の凹凸を消すためにパテでの平滑化が必要な為、上塗・下塗以外に『パテ』と外観向上のための『サーフェーサー』が必要となる。②一方、車両外板以外にも「梁」「床板」「底板」部位が存在し、これらは外観(意匠性)や、過剰な工程が不要な為に『パテ』・『サーフェーサー』が不必要な部位も存在する。

よって、それらの塗装仕様につき、屋外大気暴露での評価も実施した。

部位	素材	塗装仕様			
		化成処理	塗 装		
			プライマー	パテ	サフ
外板(表面)	AX41	●	●	●	●
外板(内面)		(○)	●		●
中空型材内部		(○)			
底板(外面)	AX81	●	●		●
底板(裏面)	AX92	(○)	●		
張部		(○)	●		●

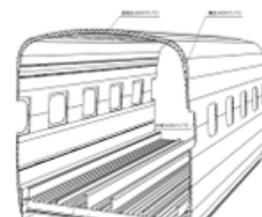


図 3-2.5.8-33 採用部位ごとの想定塗装仕様

その暴露結果につき、以下に示す（表 3-2.5.8-5）。直接風雨にさらされる外板部に
 関しては、走行時に石跳ね等で素材に達する傷も評価に加える必要がある。そこで予
 め懸架前にXカットを入れて暴露懸架し、参考として内面部位にも同様な処置を施し
 暴露を実施した。

表 3-2.5.8-5 各種マグネシウム素材に対する表面処理仕様の暴露結果

素材	表面処理仕様		暴露年数	直接暴露 (外板相当)				遮蔽暴露 (内面相当)				備考
	化成処理	塗装		一般部		Xカット部		一般部		Xカット部		
				腐食状態	レーテ ィンク	腐食状態	レーテ ィンク	腐食状態	レーテ ィンク	腐食状態	レーテ ィンク	
A X 4 1	有	プライマー+パテ+ サフ+上塗	1年	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	車両外装用基本仕様
			3年	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	
		プライマー +上塗	1年	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	簡易塗装仕様(パテ・サフ抜き)
			3年	腐食なし	10	0.3mm以内 の部分的フクレ	9	腐食なし	10	0.3mm以内の 部分的フクレ	9	
	なし	プライマー+パテ+ サフ+上塗	1年	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	参考) 化成処理なし
			3年	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	
		プライマー +上塗	1年	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	参考) 簡易塗装仕様 (化成処理なし パテ・サフ抜き)
			3年	腐食なし	10	0.3mm以内 の部分的フクレ	9	腐食なし	10	0.3mm以内の 部分的フクレ	8	
A X 81	有	プライマー+上塗	1年	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	車両内面用途
			3年	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	腐食なし	10	
	無	プライマー+上塗	1年	腐食なし	10	0.3mm以内 の部分的フクレ	8	腐食なし	10	腐食なし	10	車両内面用途 参考)化成処理なし
			3年	0.3mm以 内の部分	9	0.3mm以内 の部分的フクレ	7	腐食なし	10	0.3mm以内の 部分的フクレ	9	
A X 92	有	プライマー+上塗	1年	腐食なし	10	0.3mm以内 の部分的フクレ	9	腐食なし	10	腐食なし	10	車両内面用途
			3年	腐食なし	10	0.3mm以内 の部分的フクレ	9	腐食なし	10	0.3mm以内の 部分的フクレ数	7	
	無	プライマー+上塗	1年	腐食なし	10	0.3mm以内 の部分的フクレ	9	0.3mm以内 の部分的フクレ	7	0.5mm以内の 部分的フクレ	6	車両内面用途 参考)化成処理なし
			3年	腐食なし	10	0.3mm以内 の部分的フクレ	9	0.5mm以内 の部分的フクレ	6	0.5mm以上の 錆フクレ	4	

3年の暴露評価につき目視によるレーティング評価（腐食なし;10点・許容レベル：
 8点/腐食 NG：7点以下）では、①車両外板部（上表の車両外装用基本仕様欄）につ
 いては腐食の進行は認められず(評点 10)。②車両内面部（上表の車両内面用途欄）に
 関しても基本的に異常は認められなかった(評点 10)。但し、簡易塗装や化成処理無
 し・内面部の傷つき部位は、カット部位より 0.3~0.5mm 程度の糸状腐食および塗膜
 フクレが発生進行する傾向がある。いずれにせよ、マグネシウムの腐食は電解質(水
 分)の介在による局部電池による腐食進行であるため皮膜でこの水分を遮断すること
 が最も重要である。高速車両にて傷の発生が想定される外装部に関しても、問題なき
 旨を確認した。また簡易塗装や化成処理無し部の評価含めこの様な従来法に基づく
 目視によるレーティング判定と並行して、図 3-2.5.8-34 に示すような 3D 表面形状測定
 に基づく定量判定法も考案したこれにより塗膜腐食の客観的かつ迅速評価が可能とな
 る。従来法による目視判定と良い相関を示した。

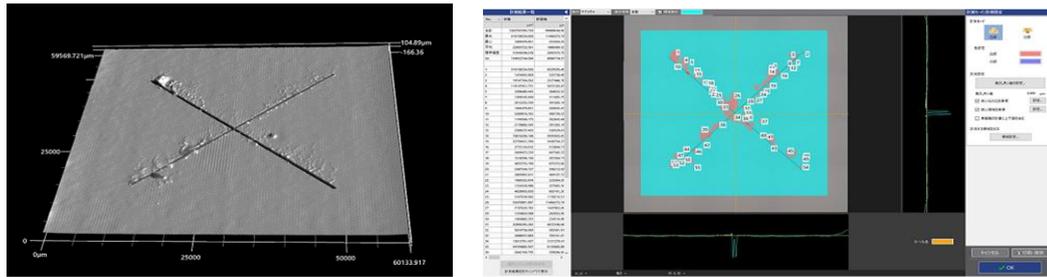


図 3-2.5.8-34 3D 表面形状測定器による塗装試験片 X カット部の腐食解析例

(2) 難燃性マグネシウム合金母材の耐食性を予測するためのモデル式の構築

2018 年度は 1 年間の大気暴露試験で得られた合金素材について、合金成分を説明変数、腐食減量を目的変数とする重回帰分析から腐食速度を予測する手法を提案した。2019 年度は、暴露期間(1, 2, 5 年)と設置場所(銚子、沖縄)を説明変数に加えて重回帰分析を実施した。データの信頼性を高めるために、難燃性マグネシウム合金展伸材の文献値(紺野他、軽金属学会第 131 回秋期大会講演概要、(2018) 253.)を利用した。直接暴露試験の結果を図 3-2.5.8-35 に示す。相関係数 R^2 は 0.947 であり、高い精度で予測することができた。

腐食減量より求まる全面腐食とともに局部腐食の挙動も重要な情報である。そこで、腐食試験片(面積 $15 \times 7 \text{ cm}^2$)の中央部 $5.6 \times 4.2 \text{ cm}^2$ の領域の侵食深さ分布を 3D 表面形状計測装置により測定した。この分布が極値統計における Gumbel 分布に従うと仮定して、試験片の最大侵食深さを求めた。局部腐食の指標として、孔食係数(最大侵食深さと平均の腐食深さの比)が知られている。そこで、図 3-2.5.8-36 に平均の腐食深さと孔食係数の関係を示す。両対数プロットにおいて右下がりの相関が認められ、従来の炭素鋼の結果(谷口他、JAEA-Research, 2009-066 (2009).)と一致することを確認した。

なお、最大侵食深さについても重回帰分析を実施したところ、観測値と予測値の相関係数 R^2 は 0.67 であった。2020 年度から、ぬれ指数等の環境パラメタを説明変数に導入することで更なる精度向上の検討を実施した。

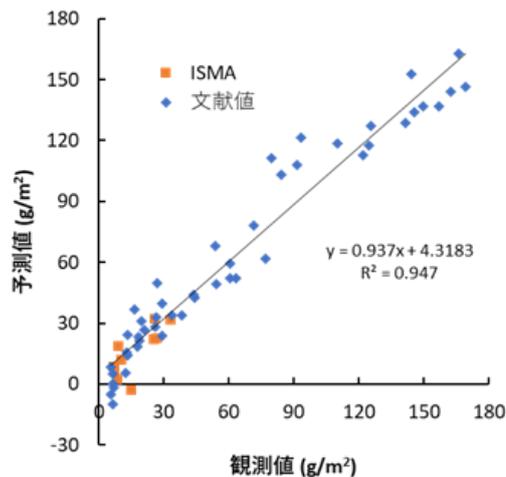


図 3-2.5.8-35 大気暴露したマグネシウム合金母材腐食速度の重回帰分析による予測

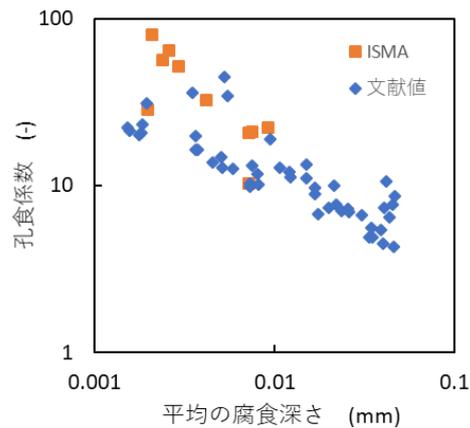


図 3-2.5.8-36 大気暴露したマグネシウム合金母材の平均の腐食深さと孔食係数との関係

2020年度は、母材大気暴露試験1および3年目の重量減量および最大侵食深さを、合金の濃度、環境および暴露時間を説明変数とする重回帰分析により評価した。図3-2.5.8-37に直接暴露での重量減量の解析結果を示す。参考値（日本マグネシウム協会実施の1mm厚さ圧延板の暴露試験結果）も併記した。予測式は次式で与えられる。

$$I_{\text{corr.w}} = -8.54C_{\text{Al}} + 10.43 C_{\text{Zn}} + 4.67C_{\text{Ca}} + 22.41 C_{\text{Mn}} + 28.17\text{Year} + 10.15 \text{Place} + 23.98 \quad (1)$$

ここで C_{Al} , C_{Zn} , C_{Ca} , C_{Mn} は各々合金成分 Al, Zn, Ca, Mn の濃度(%), Year は暴露年数、Place は暴露場所（宮古島:0、銚子:1）である。相関係数 $R^2=0.94$ の高い相関が得られた。

続いて図3-2.5.8-38に直接暴露での最大侵食深さの解析結果を示す。 R^2 は0.64に低下している。予測式は(2)式で与えられる。

$$I_{\text{corr.p}} = -0.019 C_{\text{Al}} + 0.0026C_{\text{Zn}} + 0.031C_{\text{Ca}} - 0.41 C_{\text{Mn}} + 0.031\text{Year} - 0.001\text{Place} + 0.2249 \quad (2)$$

目的関数（腐食減量、最大侵食深さ）が異なるため係数自体の比較はできない。そこで比率を比較すると、重量減量の場合は C_{Al} の係数絶対値（8.54）は C_{Ca} の値（4.67）の約2倍であるが、最大侵食深さでは両者の比率は約0.6に減少している。すなわち局部腐食においてはAl濃度よりもCa濃度の影響が大きいことを示唆しており、難燃性マグネシウム合金の腐食メカニズムに由来すると思われる。また上記は直接暴露の結果であるが、遮蔽暴露ではさらに異なる回帰挙動を示した。

より高いモデル式を構築するには、合金成分や環境因子のみならず、成形条件とそれにより得られるマイクロ組織を説明変数に組み込むことが有用と思われる。2022年度には試験片の結晶粒径のデータ取得を進めた。

腐食加速試験については、5%NaCl浸漬試験、5%NaCl連続噴霧試験(SST)、サイクル腐食試験(JASO M609)にて得られるマグネシウム合金試験片の重量減量を大気暴露

試験結果と比較解析した。その結果、サイクル腐食試験が遮蔽暴露試験結果と近い傾向を示すことが判明した。予測精度を高めるためのサイクルの選定、直接暴露試験環境を模擬できる加速試験の開発が検討課題として挙げられる。

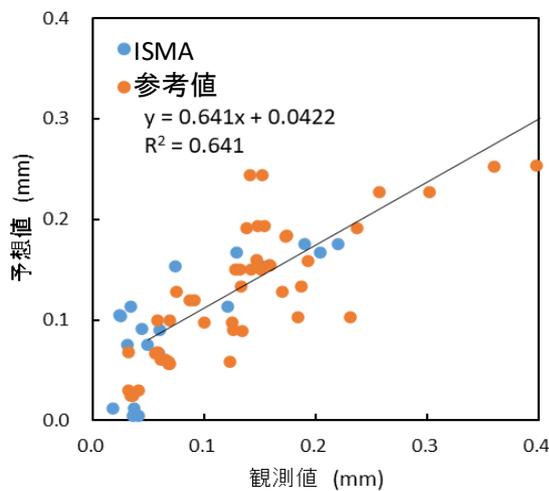


図 3-2.5.8-37 大気暴露したマグネシウム合金母材腐食減少量の重回帰分析による予測

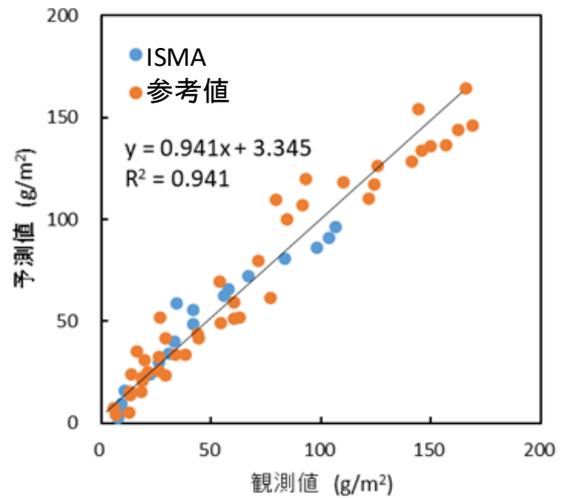


図 3-2.5.8-38 大気暴露したマグネシウム合金母材腐食深さの重回帰分析による予測

②-5 マグネシウム合金母材および溶接継手の寿命予測式の構築【産業技術総合研究所、再委託先：九州大学】

マグネシウム合金は、HCP 構造を有することを原因として、BCC もしくは FCC 構造を有する一般的な金属材料とは異なる力学特性を有している。そのため、力学特性が影響する疲労寿命の予測に、一般的な金属材料の知見がそのまま適用出来ない場合が考えられる。マグネシウム合金が有する引張時と圧縮時の材料の挙動が非対称である点を鑑みると、その非対称性が最も影響すると考えられるのは、正負の負荷を受ける、角部を有する溶接継手の疲労寿命である。

溶接継手の疲労寿命における形状因子について検討した。溶接継手止端部を模擬した、各種角度の角部を有する試験片についての疲労試験を実施して、疲労寿命に及ぼす角部そして角部角度の影響について調査した。さらに疲労限度を示した試験片について調査し、疲労限度の物理的な意味を調査した。数値解析を用いて、各種角度の角部を有する構造における応力・(塑性) ひずみ分布を調査した。疲労負荷を受けた試験片の塑性域形状の観察によって、数値解析結果の妥当性を確認した。

図 3-2.5.8-39 に、構築した角部を有する構造体の FEM 解析モデルを示す。角部の要素分割は、事前に弾性解析を行なうことによって、十分に角部の応力特異性が表現可能な程度まで細かくした。このモデルに対して、マグネシウム合金 AZX912 の引張時と圧縮時の応力とひずみの関係を材料特性として入力した。図 3-2.5.8-40 に解析結果を示す。応力-ひずみ線図の非対称性のため、引張と圧縮の非対称性を有する塑性ひ

ずみ分布が生じることが確認できた。一般に疲労負荷によって発生進展する疲労き裂は、塑性誘起き裂閉口現象によって閉口し停留し、その停留限界応力振幅が疲労限度である。閉口現象は塑性域が大であるほど起こりやすいので、マグネシウム合金角部の疲労限度を決定しているのは、塑性域が大であった圧縮側の特性であることを明らかにした。また、引張・圧縮の繰返し負荷によって塑性ひずみがどのように変化するかを明らかにした。

図 3-2.5.8-41 に疲労試験を行なった平面曲げ疲労試験片形状と、得られた結果を示す。応力比は-1 つまり正負の負荷を与えている。段差高さは 0.5 mm および 0.2 mm である。AX41 押し出し板材に対して、圧延 (RD) 方向、および圧延方向と垂直な (TD) 方向を、それぞれ試験片長手方向として試験した。いずれの方向についても 10^7 回負荷で非破断を示す、疲労限度を得ることができた。RD 方向の方が TD 方向よりも疲労限度は高かった。この結果は別途実施されている平滑材に対する結果と同じ傾向である。AX41 板材に加え AX92 板材も含めて疲労試験を実施し、段差高さの影響の調査、また停留き裂の形状の観察を実施した。さらに疲労試験によって得た、疲労負荷を受けた試験片の塑性域形状の観察によって、数値解析結果の妥当性を確認した。

得られた試験結果と解析結果を総合して、溶接継手止端部に着目した疲労寿命予測手法を提案した。

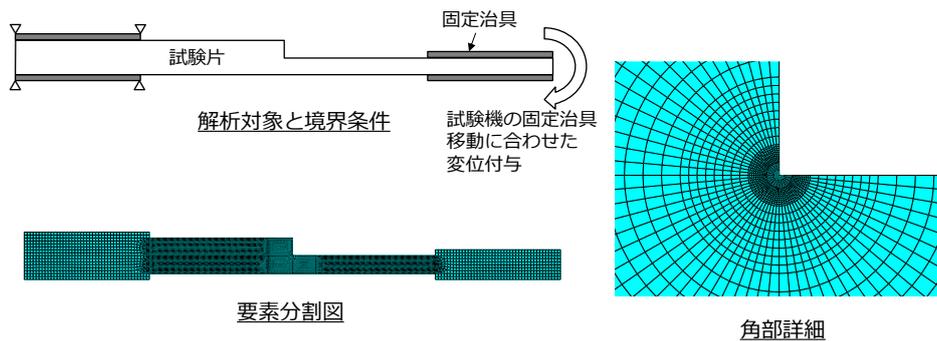


図 3-2.5.8-39 角部を有する構造体の FEM 解析モデル

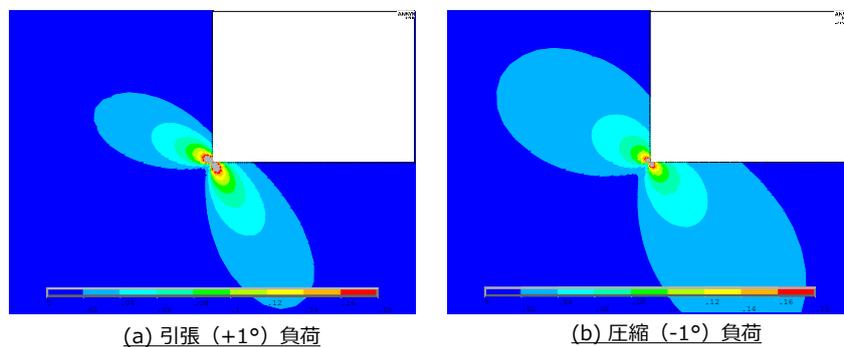


図 3-2.5.8-40 正負の負荷に対する材料挙動の非対称性を考慮した角部における相当塑性ひずみ分布解析結果

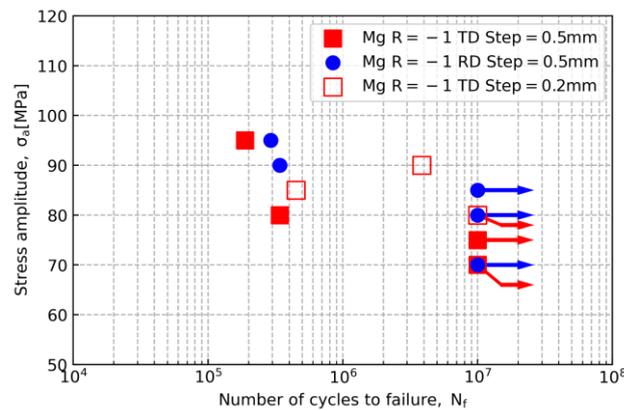
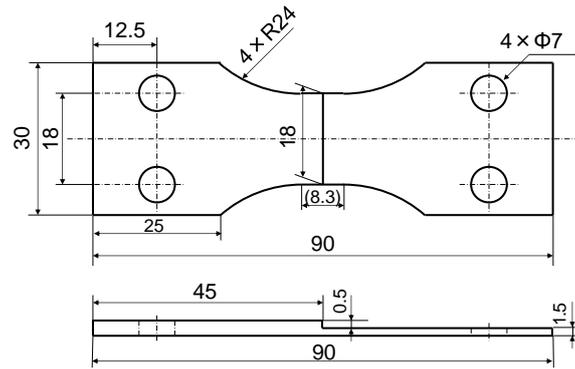


図 3-2.5.8-41 平面曲げ疲労試験片形状と AX41 押出材に対する平面曲げ疲労試験結果

②-6 難燃性マグネシウム合金の衝撃特性評価技術開発【産業技術総合研究所、再委託先：神戸大学】

本研究課題では、高い安全・信頼性を有する難燃性マグネシウム合金および継手材の創製を達成するために、衝撃荷重に対する強度および破壊エネルギーを評価する技術を利用して、難燃性マグネシウム合金の高速変形特性を予測するためのデータベース（フォーマット）を構築する。量産試作された難燃性 AZX812 合金圧延材および AZX912 合金押出材に対してスプリット・ホプキンソン棒法に基づく高速引張試験および高速圧縮試験を実施し、圧延材の集合組織および晶出物の分散形態が応力のひずみ速度依存性および荷重方向依存性に及ぼす影響を調査し、幅広いひずみ速度域で適用可能な構成式を導出した。供試材は平均粒径 20 μm 程度の等軸結晶粒からなり、AZX912 合金と比較して AZX812 合金の方が弱い底面集合組織からなることが確認された。準静的および高ひずみ速度における圧縮試験の結果、AZX912 合金において TD 方向より RD 方向で流動応力が増加した一方で、AZX812 合金においては、TD、RD 方向で応力-ひずみ関係に大きな差は見られなかった。また、AZX912 合金において確認されたような従来のマグネシウム合金で典型的な高い加工硬化率は AZX812 合金においては確認されなかった。また、引張応力-ひずみ関係について、Johnson-Cook model を修正した構成則により定式化を行った。実験値と修正 Johnson-Cook model による予測値を比較した結果、両者はよい一致を示した。構成式のパラメータを比較した結果、

AZX912 合金に対して AZX812 合金の方が流動応力および加工硬化指数のひずみ速度依存性が低いことが示された。SEM および EDS による観察結果から供試材の内部には Al_2Ca が多数晶出し、AZX912 合金では押出方向に分断されて点在している一方で、AZX812 合金では結晶粒界近傍に偏在していることを確認した。この分散形態の差異により、AZX912 合金で方向依存性が大きく、AZX812 合金で方向依存性が小さい結果となったことが示唆された。

次に AZX912 合金押出材（母材）および AZX912 合金の継手材に対して高速引張試験および高速圧縮試験を実施し、母材と継手材の集合組織および晶出物の分散形態が機械的特性に及ぼす影響を調査した。母材は平均粒径 20 μm 程度の等軸結晶粒および押出材に典型的な底面集合組織であることに対して、継手材は平均粒径 80 μm 程度の粗大粒を有し、底面配向度が低いことが確認された。準静的および高ひずみ速度における引張・圧縮試験の結果、引張および圧縮変形により継手材の方が低い降伏応力を示すが、圧縮降伏応力については母材と継手材の差は比較的小さいことを確認した。圧縮試験において母材では従来のマグネシウム合金で典型的に発現する急峻な加工硬化率が確認されたが、継手材において加工硬化率は比較的小さく、加えて破断ひずみは大きいことが確認された。高速引張試験後の継手材の組織を観察した結果、約 5 μm 間隔で分散した晶出物および粒界を起点として双晶が進展し、それを別の晶出物が妨げていることも確認した。このことから高体積率で分散する晶出物は疑似的に結晶粒微細化と同様の役割を果たし、継手材の圧縮降伏応力が比較的高い値を示す要因になるものと考えられた。変形組織観察の結果から、AZX912 合金押出材は、加工硬化を起こしやすく、高い流動応力を示すが、不動双晶境界の形成と転位の相互作用がその要因であると考えられた。

②-7 データベースの MI システムへの組み込み及び使い込み 【物質・材料研究機構、三協立山、権田金属工業、住友電気工業、不二ライトメタル、大日本塗料、総合車両製作所、川崎重工業、再委託先：川崎車両】

マテリアルズ・インテグレーションでは、構造材料の性能を予測するためにプロセス・組織・特性・性能（Process－Structure－Property－Performance）の連関モデルを考えている。本課題では MI 向けの新たなデータベースとして、この PSPP 連関モデルを意識して、材料に対するプロセスの履歴を追跡できるデータベースを提案し、実際に ISMA「革新的マテリアル材料」テーマで収集され各参画機関に蓄積されていたデータを取り込んで、データベースを整備した。

まず、データ収集に先だってデータ入力に使用するテンプレートを整備した。上記 PSPP モデルに基づいて、材料組成のほか、プロセスとして鑄造・押出・圧延・熱処理・TIG・MIG・FSW、組織観察として光学顕微鏡・SEM・X 線・TEM、特性試験として硬さ・引張・圧縮・衝撃（引張、圧縮）、性能試験として疲労・腐食（暴露試験）・腐食（促進試験）のテンプレートを整備した。テンプレートには、テーマ 60 およびテーマ 35 の参画機関が所有する観察や試験のデータに一般的に含まれる項目を列挙した。データを提供する際は、このテンプレートを踏まえて可能な限り多くの項目を埋めるようお願いしたが、全項目が埋まっていないデータでも受け入れは問題無

く行える。また、テンプレートに含まれない項目を持っているデータは、項目を適宜追加してデータを送付できるものとし、データベースの取り込みに際してデータが失われないようにした。なお、テンプレートは入力作業を容易にするため、一般的な Excel 形式のシートとした。

開発したデータベースの概念図を図 3-2.5.8-42 に示す。材料は組成のみを出発点として、鋳造・押出ないし圧延のプロセス条件、中間の熱処理の条件などが紐付けられている。また、疲労などの試験もプロセスと同等の存在と見なしている。これにより、たとえば「疲労試験後の材料の観察結果」も紐付けできる。溶接材の場合は異材接合や溶加棒の存在も考慮し、複数の材料が合流するような記述も可能である。こうすることで、材料に影響を及ぼしたプロセス条件に関する情報が全て得られるため、本データベースから抽出したデータで機械学習を行えば、プロセス条件や観察結果を説明変数、材料の特性や性能を目的変数として、特性や性能に強く影響した因子を求めることが容易となるように設計されている。

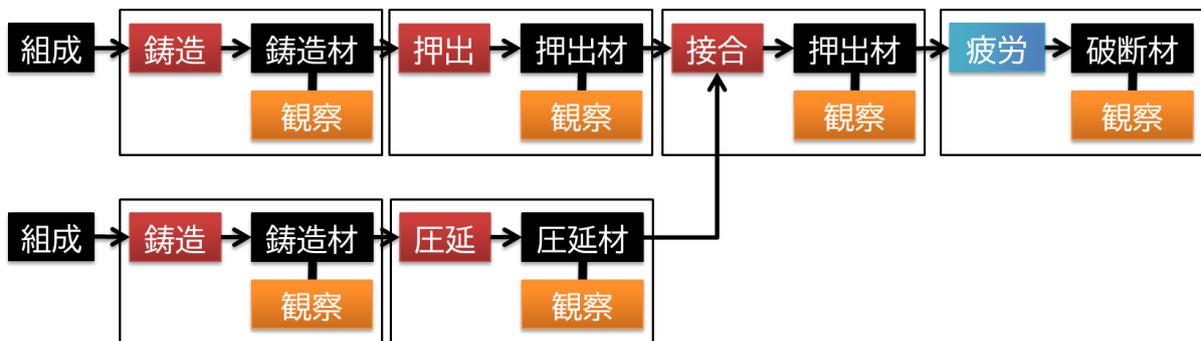


図 3-2.5.8-42 マテリアルズ/インテグレーション向けデータベースの概念図

本データベースは、設計・運用に関する詳細なドキュメントが整備された。これにより、将来的な拡張に際しても対応できるようになっている。また、MInt のインターネット直接アクセス対応（2021 年 7 月）以降は、本データベースはセキュリティを重視してインターネットから直接アクセスできない NIMS 構内 LAN 上の、さらにファイアウォールの内側に配置し、今後ワークフローからデータベースにアクセスする際は、MInt システムの「外部資源利用機能」を使用することとした。（課題①－3 参照）

2020 年度には以降も PSPP の各分野のテンプレート改修、データ収集、データ間の紐付けを行った。テーブルは新たに FSW, TEM テーブルを整備した。また、テンプレートの拡張に対応するために、データベースの設計に必要な改良を行った。また、収集されたデータから MI 向けのデータセットを作成し、課題②-1（東京大学・白岩先生）へデータ提供を行い、プロセス履歴のデータを持っていることで高い予測精度を実現できることを示した。2022 年 2 月時点のデータをテーマ 60 の参画機関に配布した。

2021 年度には、従来手動で行っていた機械学習用データの抽出作業をスクリプト化

した。任意のローカルクライアントで Python スクリプトを実行すると、データベースに接続して機械学習用の TSV ファイルが出力できるようになった。このスクリプトを用いて、課題②-1 向けに非公開データも含むデータベースから機械学習用データを出力させ、東京大学/白岩先生に送付した。本スクリプトは、各参画機関が自社向けのサブセットデータベースに対しても実行できるため、将来的に各参画機関が課題②-1 の成果を利用した機械学習を行うことも容易にするものである。

2022 年度もデータの追加収集を進め、テーマ 60 および 35 の参画機関から疲労・溶接・引張・疲労・衝撃・TIG・TEM・硬さなどのデータの提供を受けた。これらの追加データには従来のテンプレートに含まれない情報があったので、材料・TEM・疲労のテンプレートに項目を追加した。前述の新規受領データに対応するため、データベース本体でも帳票・バッチ定義・永続化ファイルに新規項目に対応させる改修を行った。この改修を経て、新規受領データをデータベースへ取り込む作業を完了させた。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.5.8-6 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2017FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2018FY	1	0	10	0	0	0	0	3	1
2019FY	4	0	23	0	0	0	0	0	1
2020FY	1	0	11	0	0	0	0	2	1
2021FY	1	0	12	0	0	0	0	0	2
2022FY	0	1	0	0	0	0	0	0	2
合計	7	1	56	0	0	0	0	5	7

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.5.8-7 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2018FY	0	0	0
2019FY	0	0	0
2020FY	0	0	0
2021FY	0	0	0
2022FY	0	0	0
合計	0	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.5.8.3 参考文献

無し

2.6 研究開発項目⑥「革新鋼板の開発」

2.6.1 [テーマ番号22]「残留 γ 高度制御革新鋼板の開発」(2014年度～2018年度)

[テーマ番号02]「残留 γ 相制御中高炭素鋼板の異種・同種材料接合技術の開発」のうち「⑨接合性に優れる残留 γ 高度制御革新鋼板の開発」および「⑩残留 γ 高度制御のための指導原理の導出」
(2019年度)

2.6.1.1 テーマの概要

(1)背景と目的

鉄鋼材料では、車両軽量化に向けて薄肉軽量化と衝突エネルギー吸収性の両立を可能にする高強度・高延性化が求められている。超高強度化・高延性化のために、低合金鋼で TRIP(Transformation Induced Plasticity)効果を活用した TRIP 鋼が開発された¹⁾²⁾。また、2000年頃には Mn 量を 30%程度添加した TWIP 鋼が開発された。ただ、TWIP 鋼はレアメタルである Mn を多量添加しており、製造プロセスで有害なヒューム発生等の安全面に係る問題やレアメタル多用の面から採用は限定的となっている。

そのため、レアメタルの使用量を抑えながら高延性化する技術開発に取り組まれている。ここでは、高強度組織であるベイナイトやマルテンサイトを母相として、高延性組織である残留 γ を多量に存在させることが基本思想となっており、具体的な研究事例としては、Mn 量を 5～10%にした中 Mn 鋼³⁾や、ベイナイト鋼⁴⁾や Q&P (Quench & Partitioning)鋼⁵⁾などが提案されている。こういった取組みで強度・延性の向上が実現されつつあるが、自動車部品への適用範囲を拡大し、軽量化効果を最大化させるためには、更なる強度・延性バランス向上が必要となる。

そこで、本研究項目では、炭素量 0.4%以上の中高炭素鋼を活用しつつ、TRIP 効果を最大化させることができる新しい材料設計指針として残留 γ の安定度分布制御技術を構築するとともに、その組織制御技術構築を実現するための各種評価技術を開発し、最終目標として強度 1.5GPa、伸び 20%の革新鋼板を創出することを目的とする。

(2)目標値

CO₂排出量低減を最終の狙いとした全体取組みの中における本研究開発の位置付けは、燃費低減のための自動車の軽量化の実現につながる鋼材の高度評価技術の開発と、その評価技術を活用した画期的な超高強度・超高延性材料の創出である。

目標としては、プロジェクト開始当初は、引張強度 1.2GPa 伸び 15%を 2015 年度の間目標とした後、引張強度 1.5GPa で伸び 15%達成を 2017 年度の第 2 中間目標、引張強度 1.5GPa で伸び 20%達成を 2022 年度の最終目標としていたが、研究開発を進める中で前倒しで研究が進捗したため、プロジェクト途中で目標を見直し、2017 年度の第 2 中間目標を引張強度 1.5GPa、伸び 20%以上、2020 年度の第 3 中間目標を引張強度 1.5GPa、伸び 20%以上で、汎用鋼と同等の耐食性と水素脆性を目指すとした。

また、解析・評価技術については、2015 年度の第 1 中間目標を炭素定量下限 30ppm、2017 年度の第 2 中間目標を鋼中のヘテロ構造と軽元素の空間相関評価技術の確立、第 3 中間目標を空間分解能 200nm 以下、濃度分解能 0.1mass%以下とした。

表 3-2.6.1-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
①残留 γ 高度制御による高強度・高延性化技術の開発 (2014～2019年度)	炭素量 0.4%以上、Mn 量 10%未満で強度 1.2GPa 以上、伸び 15%以上	・レアメタル添加量：10wt%未満 ・引張強度：1.5GPa 以上 ・伸び：20%以上	レアメタル添加量：10wt%未満、引張強度：1.5GPa 以上、伸び：20%以上の開発鋼において、汎用鋼（590MPa～980MPa 級）と同等の耐食性と水素脆性を目指す (2019年度)	
②残留 γ 高度制御のための指導原理の導出【東北大（古原）】 (2014～2019年度)	残留 γ の炭素濃度の決定メカニズムを熱力学的に明らかにする。また、残留 γ 中の炭素濃度と安定度の関係をデータベース化する。	炭素濃度不均一分布および残留 γ 周囲のベイナイトの結晶学的特徴と変形時の残留 γ の安定性との関係を明確化する。	変形に対する残留 γ の安定性と残留 γ サイズ、形態の関係を明確化する。 (2019年度)	
③残留 γ 高度制御のための熱力学データベースの再構築【物質・材料研究機構】 (2014～2017年度)	Fe-C-Si-Mn4 元系合金での平衡状態図を妥当に算出するために必要なデータベースを構築する。	FE-EPMA を用いて残留 γ のC濃度を定量分析し、Fe-C-Si-Mn4 元系合金の残留 γ 中へのCの濃化挙動と残留 γ 生成の予測モデルを構築する。		
④微小領域における残留 γ の形態・炭素濃度分布の評価・解析技術の構築 (2014～2019年度)	炭素定量下限 30ppm 以下を可能とする解析評価技術の開発	・鋼中のヘテロ構造と軽元素の空間相関評価技術の確立	・鋼中のヘテロ構造と軽元素の空間相関評価技術において、空間分解能：200nm 以下、濃度分解能：0.1mass%を目指す (2019年度)	

⑤中性子を活用した大領域統計的解析手法の開発【北海道大学】 (2014～2015年度)	ブラッグエッジ回折および小角散乱測定の解析精度向上のため S/N 比向上装置の導入を行う。			
⑥中性子を活用した革新鋼板の大領域統計的解析【北海道大学】 (2016～2017年度)		小角散乱とブラッグエッジ測定の同時測定により炭素の分布状態と残留 γ 相の分配状態との同時測定への発展を図る。		

(3)全体計画

2014年度までに1.2GPa級鋼で伸び25%を達成、その知見を元に各種方策を用いて残留 γ 安定度制御策を行い、強度・延性バランスの向上の実現について検討を行った。

2015年度は1.2GPa級鋼での特性向上メカニズムに関する仮説の検証を行い、中高炭素鋼の特性向上について考え方を構築する。また、ここまでに得られた知見を元に1.5GPa級鋼での特性向上策を導出した。

2017年度までに0.4C鋼にマイクロアロイを併用することで、強度-伸びバランスに加え、穴広げ率を向上できることを見出した。

2018年度からは1.5GPa 20%の革新鋼板について、実用化する際の課題となる水素脆化に関する対策技術の検討を行うことで、革新鋼板の実用化を促進させるための技術開発を進めた。

2019年度までに1.5GPa級革新鋼板を対象にJIS Z3140相当の引張せん断強度、十字引張強度を確保するための鋼板側での改善技術を開発を進めた。

(4)実施体制

実施体制をまとめたものを図 3-2.6.1-1 に示す。

実施体制としては、分担研である神戸製鋼所が、材料特性向上に必要な材料設計指針の導出に取り組んだ。ここで明確化した理想組織を実現するための要素技術として、熱力学データベースの見直しを2014年度は東北大学、2015年度～2018年度にNIMSに再委託した。また、ベイナイト変態に伴う残留 γ 制御形成挙動の明確化を2014年度から2018年度の間、東北大学に再委託して技術開発を進めた。

また、解析技術としては、中性子を活用したマクロな組織解析技術を2014年度～2015年度にかけて北海道大学への再委託で実施すると共に、微視組織の解析技術については分担研自身で実施するような形で取り組んだ。

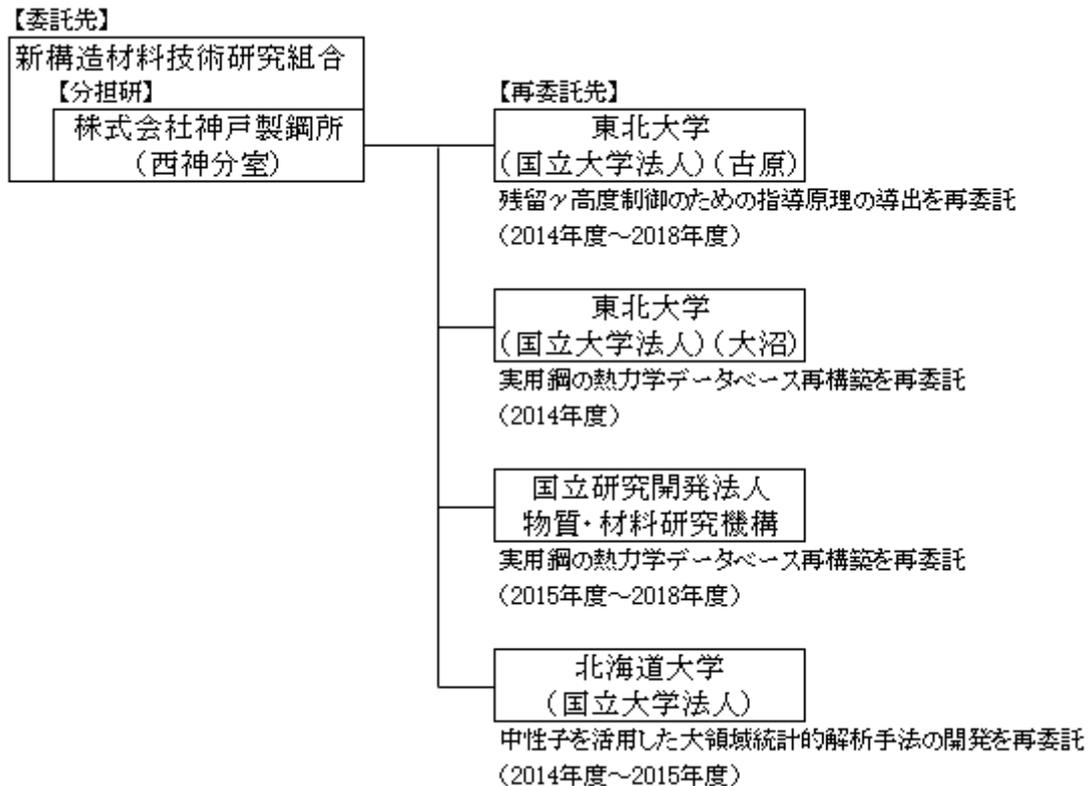


図 3-2.6.1-1 研究開発体制

(5) 運営管理

再委託先とは年3～5回の会議を行うことで進捗管理ならびに開発技術の分担研への取り込みを図った。再委託先で得られた知見は、材料開発にフィードバックして材料開発を促進できた。また、再委託先にて開発鋼の組織解析を実施し、材料開発の方向性を見直しによる目標早期達成に寄与させることができた。

(6) 実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

革新鋼板開発では最終目標を達成させることにより、各種自動車部品への適用が可能となることが期待される。その際の軽量化効果は、現在の車体重量に対して、10%程度の軽量化効果が期待される。

売上については、国内の全汎用車を対象とすると約1000億円/年のマーケット創出が期待できる。神戸製鋼所では約30%の約30万t/年、約30億円/年の売上が期待される。CO₂削減という観点では、車体重量約40kgの削減で約0.2kg/Lの燃費改善が期待される。そのCO₂削減効果は約2g/kmとなるため、鋼板開発全体で約14万t/年、神戸製鋼として約4万t/年のCO₂削減効果が期待される。

2.6.1.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.6.1-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
①残留 γ 高度制御による高強度・高延性化技術の開発	炭素濃度 0.4%以上、Mn 量 10%未満で強度 1.5GPa 以上、伸び 20%以上、水素添加時の破断強度が 980MPa 級同等以上 (2019 年度)	TS-EL 目標達成材の残留 γ を安定化することで、成形を想定した加工後に水素添加時の破断強度を 1345MPa まで向上できることを示した。 さらにその知見を元に実スケールの革新鋼板を試作した。	○	
②残留 γ 高度制御のための指導原理の導出【東北大(古原)】	各種因子を変化させた残留 γ の性質を調査し安定性に及ぼす残留 γ サイズや形態の影響を明らかにする (2019 年度)	残留 γ の形態を変化させた材料を変形させて、その安定性にサイズ、形態が影響することを示した。	○	
③残留 γ 高度制御のための熱力学データベースの再構築【物質・材料研究機構】	Fe-C-Si-Mn4 元系合金での平衡状態図を妥当に算出するために必要なデータベースを構築する。(2019 年度)	残留 γ の形態を変化させた材料を変形させて、その安定性にサイズ、形態が影響することを示した。	○	
④微小領域における残留 γ の形態・炭素濃度分布の評価・解析技術の構築	鋼中のヘテロ構造と軽元素の空間相関評価技術において、空間分解能：200nm 以下、濃度分解能：0.1mass% を目指す (2019 年度)	走査型電子顕微鏡にコンタミン除去装置であるガスクラスターイオン銃を併設すると共に軽元素分析に有効な軟X線分光分析装置を活用することで空間分解能 134nm を達成した。	○	
⑤中性子を活用した大領域統計的解析手法の開発【北海道大学】	ブラッグエッジ回折、小角散乱測定 of 解析精度向上のため S/N 比向上装置を導入する。 (2015 年度)	面間隔の 2 倍に相当する波長位置でピーク出現する波長微分法により炭素濃度解析が実現しうることを示した。	○	

⑥中性子を活用した革新鋼板の大領域統計的解析【北海道大学】	小角散乱とブラッグエッジ測定の同時測定により炭素の分布状態と残留 γ 相の分配状態との同時測定への発展を図る。 (2017年度)	革新鋼板中の炭素濃度解析を想定したモデル合金を用いて、炭素濃度の高精度解析のための測定条件を検討し、デカップルド型モデレータを用いることで分解能向上可能なことを示した。	○	
-------------------------------	--	--	---	--

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

① 残留 γ 高度制御による高強度・高延性化技術の開発

本項目では、中高炭素鋼革新鋼板で西神分室が目標達成のコンセプトとして提案した、残留 γ の高度制御、具体的には残留 γ の安定度分布制御の可能性について、2015年度の間目標である強度 1.2GPa、伸び 15%を狙いとして検討した。

ベイナイト変態中のオーステナイトへの炭素濃化挙動を考慮すると、変態進行が滞留する際に、オーステナイト/ベイナイト界面に炭素濃度の高い領域が形成され、炭素濃度の分布、ひいては残留 γ の安定度分布が生じうる。そこで、中高炭素鋼 (0.4C-1.5Si-2.0Mn) を 850°Cに均熱し、その後、ベイナイト変態が途中段階となる 400°C×600s の保持を施して冷却し、残留 γ 中の炭素濃度分布、つまりは安定度分布の拡大を図った。この時、900°C均熱後、400°C×1800s 保持したものと、残留 γ の状態と強度-伸びバランスを比較した。その結果、X線回折で(113) γ 面の回折ピークを炭素濃度の違いとして残留 γ 中の炭素濃度分布を解析した結果、**図 3-2.6.1-2**に示すように残留 γ 中の炭素濃度分布を拡大させることができた。

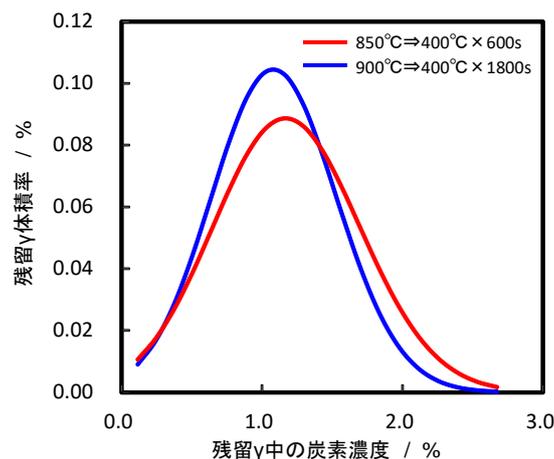


図 3-2.6.1-2 残留 γ 中の炭素濃度分布の変化

この炭素濃度分布制御で加工硬化挙動が歪後期まで拡大し (**図 3-2.6.1-3**)、強度 1.24GPa、伸び 23.8%から、強度 1.24GPa 伸び 26.6%と約 3%の伸び向上を実現でき、

中間目標を大幅に凌駕できた。以上の結果から、炭素量増加と炭素濃度分布制御という強度・延性バランス向上可能な残留 γ 高度制御技術を構築でき、中間目標を大幅に超過達成できた。

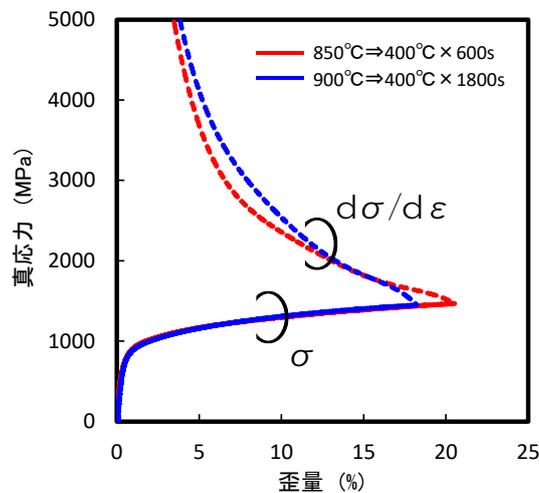


図 3-2.6.1-3 流動応力 (σ) および加工硬化率 ($d\sigma/d\varepsilon$) におよぼす熱処理条件の影響

更に 1.5GPa 級での強度 - 延性バランス向上に関して検討した。高 C 系材料での 1.5GPa 級鋼での延性改善策として Q&P 鋼が提案されている。この思想に対して更なる特性向上の可能性について検討した。

また、自動車用材料については、強度、伸びだけでなく、伸びフランジ性と呼ばれる端面での変形特性も同時に必要となることがある。伸びフランジ性は、穴広げ率という JIS Z 2256 で規定された穴広げ試験により求められるパラメータを用いて評価され、一般に伸びと同じく高強度化するほど低下する傾向にある。また、同一強度では、伸びと背反する特性であることが知られている。そのため、高強度かつ高伸びの鋼板では穴広げ率が低位にあることが懸念される。そこで、2016 年度以降は強度と伸びに穴広げ率も考慮して、引張強度 1.5GPa-伸び 20%-穴広げ率 20%を目標に設定して取り組んだ。

穴広げ率は、一般に硬質な組織が粗大に存在すると、その組織が破壊の起点となることで低下すると言われている。TRIP 鋼の場合、打抜き・穴広げの変形時に残留 γ が加工誘起変態により非常に硬質なマルテンサイトになるため、残留 γ 自体が破壊の起点として働く可能性がある。また、残留 γ を作り込むために熱処理中に未変態 γ に C 濃化を行うが、C 濃度が十分に高まらなかった未変態 γ については、熱処理後の冷却中にマルテンサイト変態することで硬質組織として残存し、破壊の起点となる。このような組織を含むため、TRIP 鋼では伸びフランジ性は低くなる傾向があることが知られている。

そのため、鋼板の C 添加量を高めて残留 γ の量を増やしていくと、伸びは向上するが、穴広げ率は劣化することが想定される。この背反する特性の両立をはかるために、東北大学で取り組んできた残留 γ 高度制御のための指導原理を活用し、C 以外の元素の添加量による変態挙動の制御や、熱処理パターンによる組織形成挙動を制御するこ

とで、残留 γ の体積率はそのままにしながらサイズを細かくすることを試みた。

まずは0.4wt% C鋼で典型的なTRIP鋼の製造方法（ γ 単相域への加熱からベイナイト変態温度域への急冷、保持によるオーステンパ）、Q&P鋼の製造方法（均熱後、 M_s 点以下に急冷、焼戻しとC分配が可能な温度域に再加熱）ならびに、独自の成分設計・熱処理方法を用いて検討を行った。

そこで、この改善のために、0.4wt% C+高Si添加鋼にマイクロアロイを付与することでMA微細化を図ると共に、独自プロセスを加えることで残留 γ の安定度の分散を図った鋼材を試作した。その鋼材の強度と伸びの関係を図3-2.6.1-4に、また、強度 \times ELならびに穴広げ率の関係を図3-2.6.1-5に示す。0.4C-高Si-MA+独自プロセスと記載した鋼材では、強度1.5GPa、伸び20%、穴広げ率20%を満足し、当初最終目標としていた第2期の目標に加え、独自目標として設定した穴広げ率も達成できた。

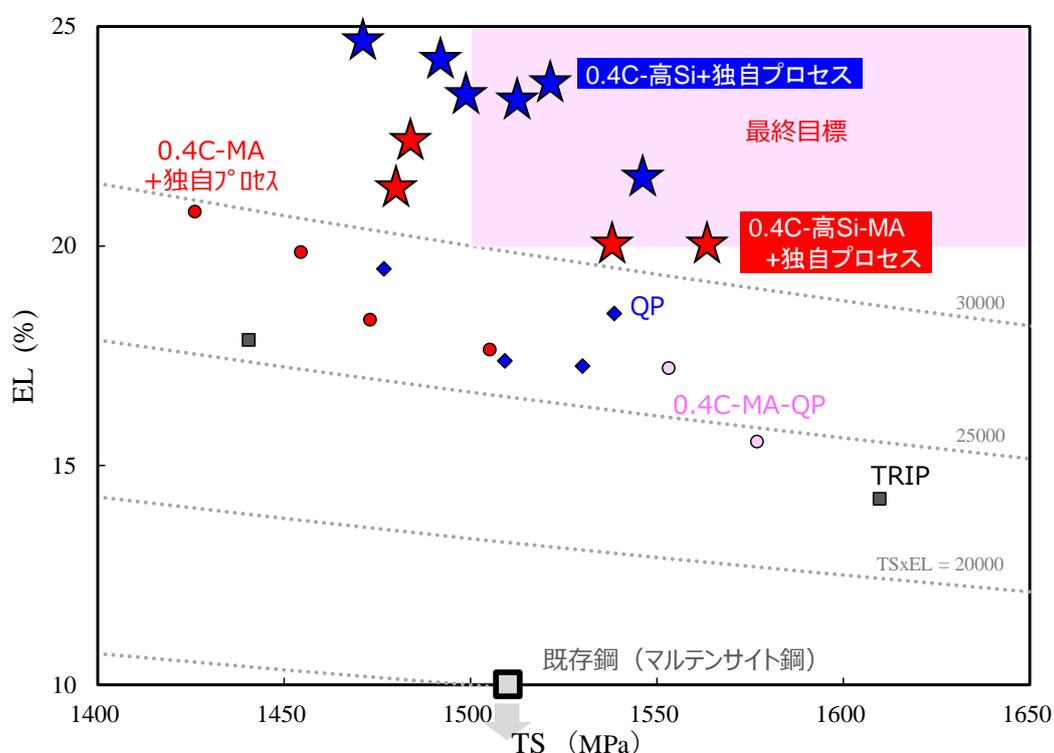


図 3-2.6.1-4 1.5GPa 級革新鋼板の強度-伸びバランス

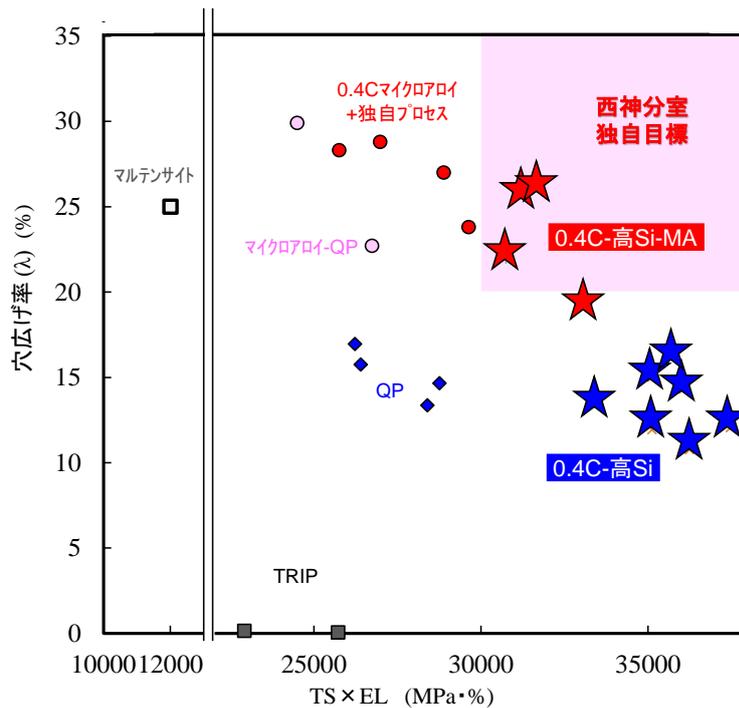


図 3-2.6.1-5 1.5GPa 級革新鋼板の強度×伸び-穴広げ率バランス

② 残留 γ 高度制御のための指導原理の導出【東北大（古原）】

残留 γ の安定性に及ぼす残留 γ サイズや形態の影響を明らかにするため、熱処理条件を調整することで安定性に大きく影響する炭素濃度を揃えつつ種々の残留 γ サイズや形態を有する試料を作製し、残留 γ 量、サイズおよび形態を定量評価した。供試材としては、Fe-2Mn-1.5Si-0.4C 合金を用い、残留 γ 組織を変化させるために、ベイナイト変態前の旧 γ 粒径に注目して、旧 γ 粒径がベイナイトおよび残留 γ 組織に及ぼす影響を調査した。旧 γ 粒径を変化させるために、 γ 化条件を 1150°C および 830°C で 10min 保持とし、それぞれ 348 μ m および 12.5 μ m の旧 γ 粒組織を得ている。これらの条件で γ 化後に 400°C まで急冷して、種々の時間等温保持し、ベイナイト変態させた。

変態組織は SEM、EBSD 測定により解析し、変態率は SEM 写真上のポイントカウンティングにより測定した。また、残留 γ 体積率は XRD 測定により評価した。未変態 γ 形態およびサイズは、アスペクト比 (AR) と最大内接円半径 (R) により定量評価した。最大内接円に注目したのは、ベイナイト/ γ 界面から炭素が γ 中に濃縮する程度が拡散距離によって影響されると考え、個々の未変態 γ における界面から最も遠い点の距離が R に相当するためである。図 3-2.6.1-6 に AR と R の定量評価例を示す。定量化には画像解析ソフト FIJI を用い、未変態 γ を自動認識させて解析を行った。また、変態材の不均一な炭素分布を解析するために、NanoSIMS を用いて炭素イオン強度のマップを取得した。

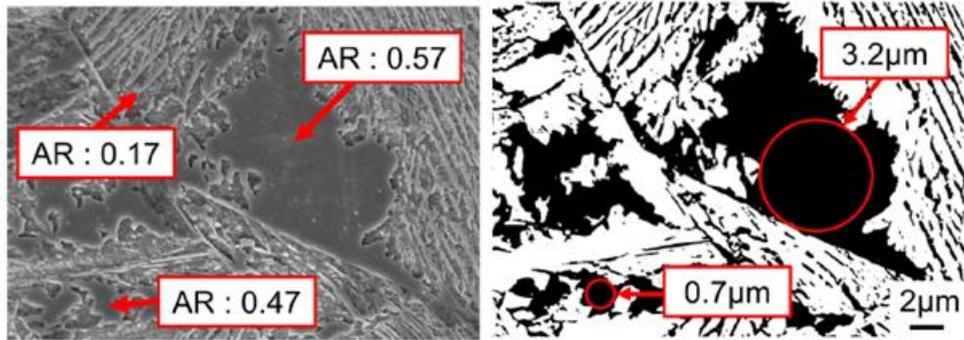


図 3-2.6.1-6 未変態 γ 形態およびサイズの定量解析例. SEM 写真 (上) と画像解析

図 3-2.6.1-7 に、 γ 化後の 400°C 等温保持における変態率及び残留 γ 量の時間変化を示す。いずれの γ 粒径においても保持時間が長くなるにつれ、ベイナイト生成量が増加し、10~60min の保持時間で変態率の増加が一旦鈍化した後、より長時間の保持で徐々に変態率が増加するようになる。また、変態率の増加が鈍化する条件で残留 γ 量は最大となる。また、両 γ 粒径材を比べると γ 粒径が微細化することで変態は早くなり、より多くの割合の未変態 γ が残留することが分かる。図 3-2.6.1-8 は、400°C、30min 変態材の SEM 写真及び対応視野の相マップを示す。粗大 γ 材では平行に並んだ微細なフィルム状 γ と粗大な塊状 γ が生成しており、フィルム γ は残留しやすい一方で、塊状 γ は大部分がマルテンサイト変態していることが分かる。一方、微細 γ 材では、未変態 γ は塊状であっても微細であり残留している。また、粗大な塊状 γ は見られない。

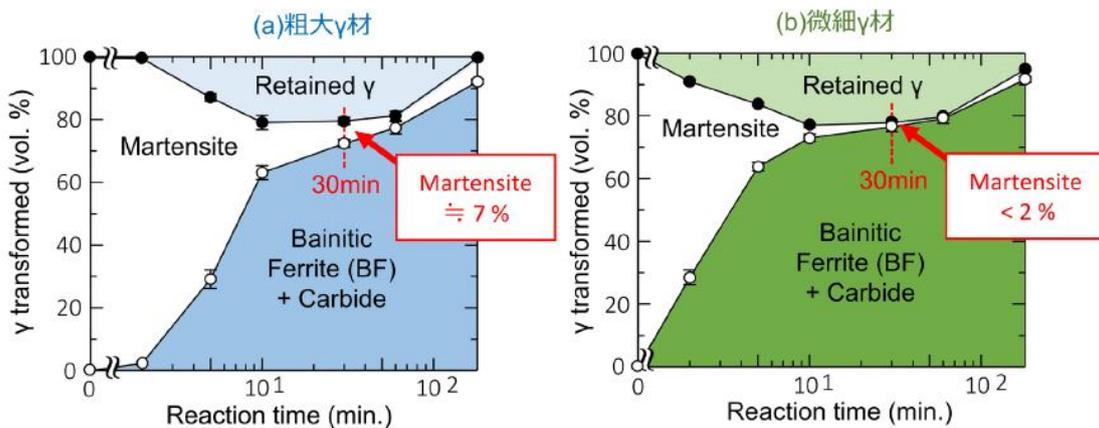


図 3-2.6.1-7 400°C の等温保持における変態率と残留 γ 量の時間変化

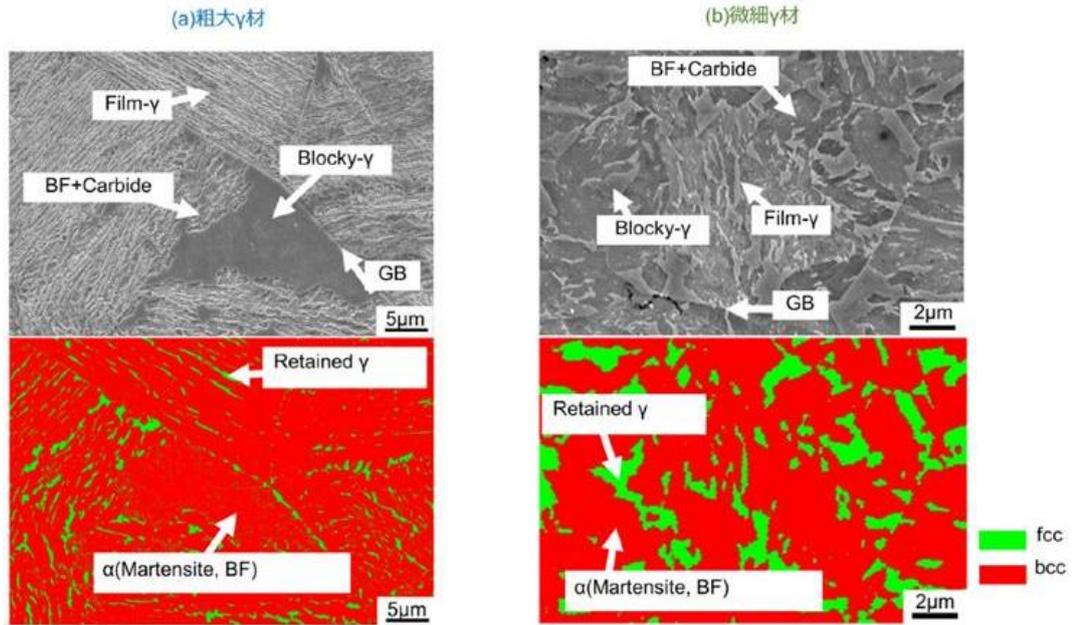


図 3-2.6.1-8 未変態 γ 組織と γ の残留状態の関係 (400°C、30min 保持材)
SEM 写真 (上) と同一視野の EBSD 測定により得られた相マップ (下)

γ の残留しやすさには炭素濃度が大きく影響するため、NanoSIMS を用いて、炭素濃度分布を調査した (図 3-2.6.1-9)。粗大 γ 材を見ると、film γ には高濃度かつ均一に炭素が濃化しているのに対して、粗大塊状 γ には、ベイナイトとの界面近傍のみに炭素が濃化し、中央部は炭素濃化していないことが分かる。400°C、30min 保持における γ 中の炭素拡散距離は約 $1.5 \mu\text{m}$ であり、粗大 γ 材の塊状 γ / ベイナイト界面近傍で見られた炭素濃縮領域の幅とほぼ等しい。このことから、未変態 γ のサイズが炭素拡散距離よりも大きい場合には、均一に炭素濃化できないことが分かる。一方、微細 γ 材では、多くの未変態 γ サイズが $1 \mu\text{m}$ 以下であり、中心まで炭素が濃縮しているものと考えられる。

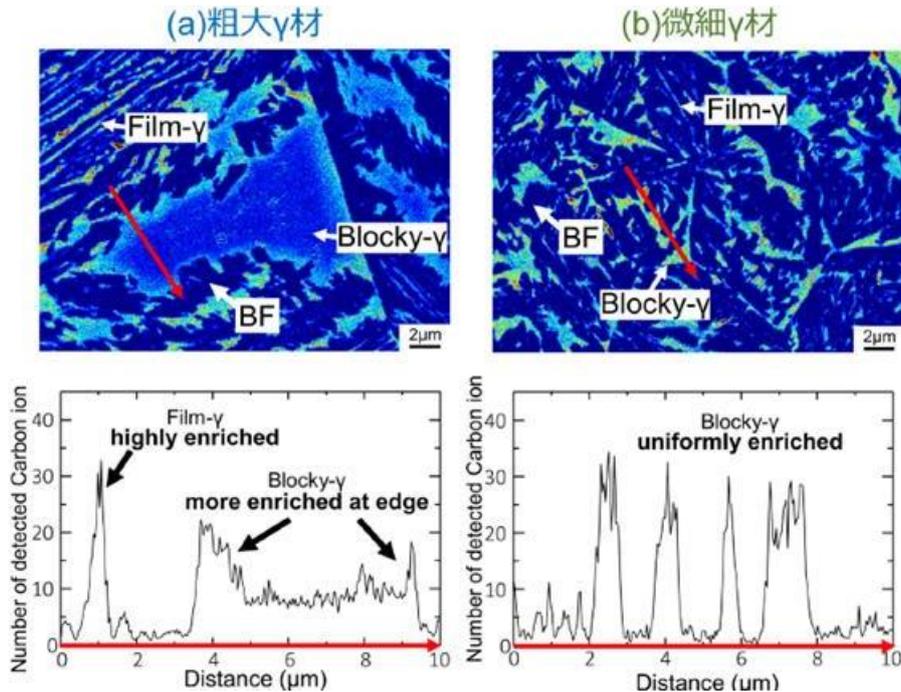


図 3-2.6.1-9 炭素イオン強度マップ (400°C、30min 変態材)

以上の傾向をより明確にするため、未変態 γ の形態およびサイズを定量評価した (図 3-2.6.1-10)。ここでは、アスペクト比が 0.25 以下を film 状、0.25 以上を塊状とし、個々の未変態 γ の最大内接円を横軸に、未変態 γ の面積率を縦軸に示している。これを見ると、粗大 γ 材では、多くが微細な film γ である一方、 R が $1.5 \mu\text{m}$ を超える粗大な塊状 γ も見られる。一方、微細 γ 材では、film γ の割合は低下し、大部分が微細な塊状 γ となっている。また、 R が $1.5 \mu\text{m}$ を超える粗大な塊状 γ は少ない。従って γ 粒が微細化することで未変態 γ サイズが減少して、中心まで炭素濃化できることが、微細 γ 材でより多くの未変態 γ が残留した原因と考えられる。

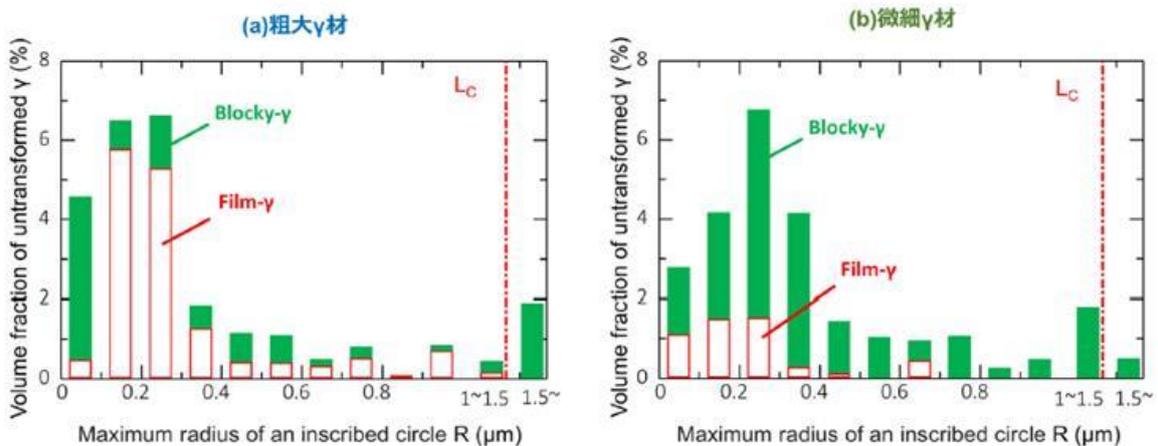


図 3-2.6.1-10 残留 γ の形態・サイズごとの面積率

次に、残留 γ の変態誘起塑性を利用した高延性発現のメカニズム解明に取り組んだ。

残留 γ を含有する鋼の強度、伸びといった機械的特性は、残留 γ の量や安定性に影響されることが知られているが、一方で、残留 γ の安定性はその粒径や形態にも影響される。残留 γ の形態は周囲のベイナイト組織に依存するため、変態前 γ 粒径の影響を受ける可能性がある。ここでは、母相粒径が組織および機械的性質に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。

供試材として従来の低炭素 TRIP 鋼より炭素濃度が高く高強度化が図られる Fe-0.4C-2.0Mn-1.5Si 合金 (mass%) を用いた。1150°C および 830°C で γ 化することで、 γ 粒径をそれぞれ 348 μm 、12.5 μm と変化させた。以後、それぞれを粗大 γ 粒材および微細 γ 粒材と呼ぶ。 γ 化後 400°C で種々の時間オーステンパ処理し水中に焼き入れた。 γ の形態およびサイズは SEM で評価し、残留 γ 体積率測定は XRD で、炭素濃度測定は FE-EPMA および 3次元アトムプローブを用いて行った。また、残留 γ および炭化物の解析にメスバウアー測定を用いた。

図 3-2.6.1-11 (a)、(c)に粗大 γ 粒材、(b)、(d)に微細 γ 粒材における変態率曲線および 30min 保持材の SEM 組織を示す。(a)、(b)を比較すると、両試料において、10~60min 保持材で多くの残留 γ が生成しており。また、30min 保持材においてマルテンサイトの体積率は微細 γ 粒材の方が低いことから粗大 γ 粒材よりも微細 γ 粒材の方がより未変態 γ が残留しやすいことがわかる。

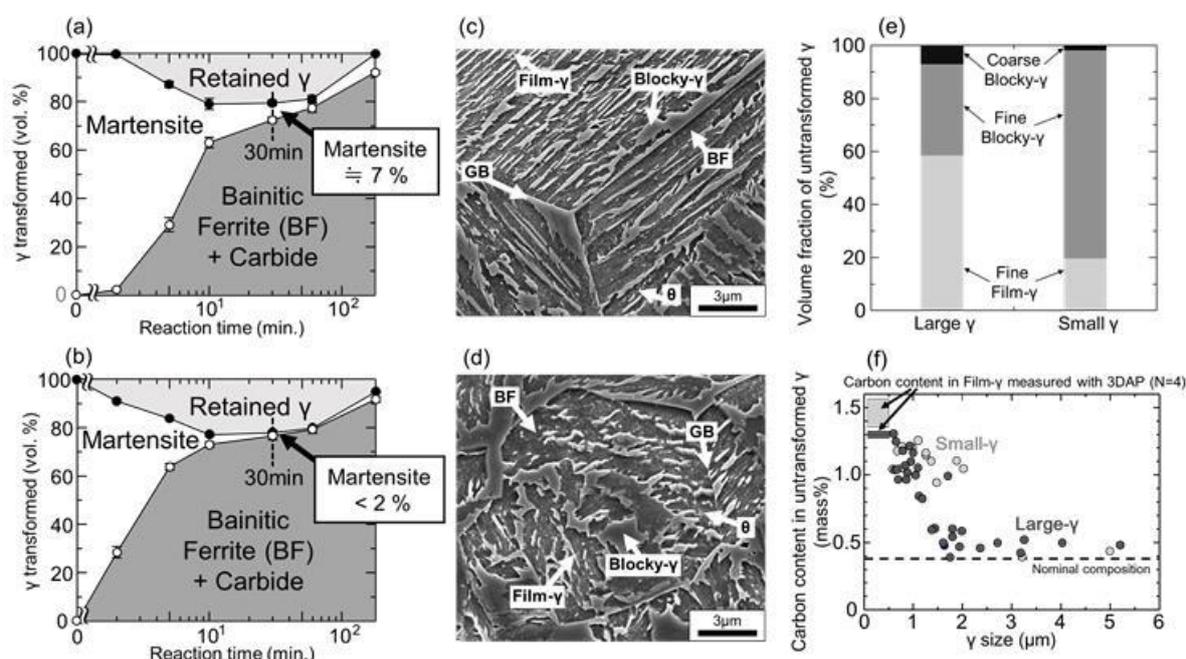


図 3-2.6.1-11 (a)(c)粗大 γ 粒材、(b)(d)微細 γ 粒材での変態率曲線および 30min 保持

SEM 組織を図 3-2.6.1-11 (c)、(d)およびその定量測定結果を図 3-2.6.1-11 (e)、(f) に示す。粗大 γ 粒材では、平行なベイニティックフェライト(BF)に挟まれた Film- γ および粗大な Blocky- γ が生成し、一方で、微細 γ 粒材においては、微細な Blocky- γ が多く生成していることがわかる。図 3-2.6.1-11 (f)には、各 γ のサイズと炭素濃度の関係を示す。これより、 γ のサイズが小さいほど均一に炭素濃化していることがわかる。つまり、微細な残留 γ に炭素が均一に濃化することで安定性が増加することが示

唆された。

③ 残留 γ 高度制御のための熱力学データベースの再構築【物質・材料研究機構（大沼）】

鉄鋼材料の基本系であるFe-C-Mn-Si 4元系の熱力学データベースを構築することを最終目標として、表3-2.6.1-4に示す合金を作製し、当該4元系を構成する2、3元系における α/γ 相平衡の実験による決定を実施した。Fe-C-Si 3元系の800°Cならびに900°C、Fe-C-Mn 3元系の700°Cならびに800°C、Fe-C-Mn-Si 4元系合金として、Fe-0.10C-1.0Mn-1.5Si、Fe-0.10C-3.0Si-2.0Mnの2種類の700°Cならびに800°Cの平衡状態の解析を行い、データベースの拡充を進めた。

表 3-2.6.1-4 実験供試試料と各温度における平衡相構成

○：熱処理済，－：未熱処理

No.	試料名	700°C × 20d	800°C × 15d	900°C × 10d
S1	05M-010C	○	○	－
S2	10M-010C	○	○	－
S3	20M-005C	○	○	－
S4	10S-005C	－	○	○
S5	40S-020C	－	○	○
S6	10M-15S-010C	○	○	－
S7	20M-30S-010C	○	○	－

その結果、図 3-2.6.1-12 に示すように Fe-C-Mn 3 元系における α/γ 相への Mn の分配係数は、実験結果の方が計算値よりも若干小さいこと、Fe-C-Si 3 元系の 900°C における γ 相中の C 濃度は、実験結果の方が計算値よりも大きいことが分かった。また、表 3-2.6.1-5 に示すように、Fe-0.1C-1.0Mn-1.5Si 4 元系合金では、 α 相中の Mn 濃度は（実験値）>（計算値）に、また、 γ 相中の Si 濃度は（実験値）<（計算値）となった。C 濃度は実験値と計算値がほぼ一致する結果が得られた。以上の結果から、当初の狙いとしたデータベースの構築を完了させることができた。

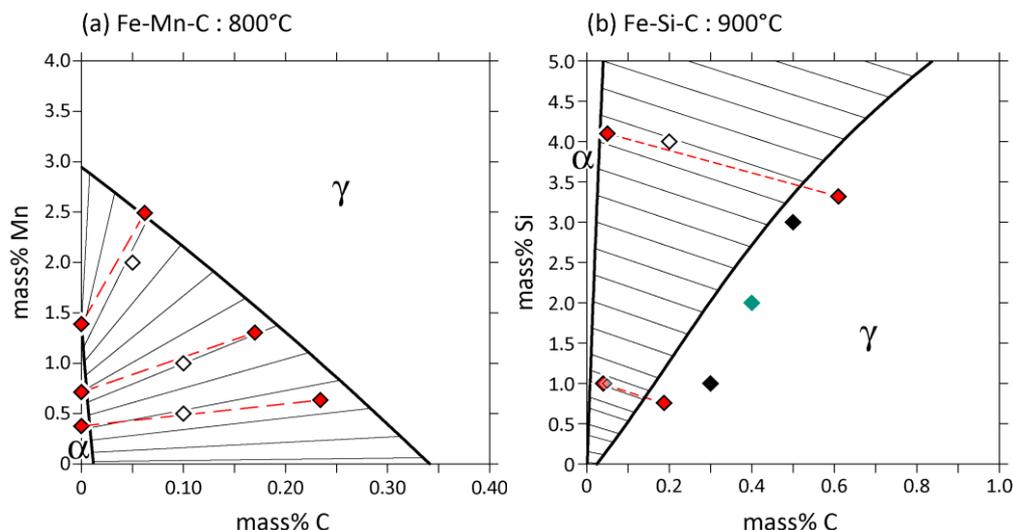


図 3-2.6.1-12 (a) Fe-C-Mn、(b) Fe-C-Si 3 元系合金の実験値と計算状態図との比較

表 3-2.6.1-5 Fe-1.0Mn-1.5Si-0.1C 合金 (S6) の 800°Cにおける相平衡

相	実験結果			計算値 (TC-FE7)		
	mass% Mn	Si	C	mass% Mn	Si	C
α	0.81	1.51	0.00	0.75	1.59	0.01
γ	1.65	1.15	0.32	1.64	1.26	0.33

④ 微小領域における残留 γ の形態・炭素濃度分布の評価・解析技術の構築

革新鋼板の強度－伸びバランスを高めるためには残留 γ の状態が重要であり、その状態解析を行うことが重要である。革新鋼板の強度－延性バランスの向上には残留 γ の安定度を広く制御することが有効という仮説を持ち、特性向上を図っているため、その制御技術を高めていくためには残留 γ の安定度の把握のため、残留 γ 中の炭素濃度の解析が求められる。その解析手法として、中性子回折を活用したピーク解析によるマクロな炭素濃度分布解析と、残留 γ 中の炭素濃度の存在状態のマイクロ解析の両面から取り組んだ。中性子回折に関しては、2014年度および2015年度は北海道大学での再委託、2015年度および2016年度はテーマ44「中性子線による構造材料解析技術のFeasibility Study」、2017年度から2022年度まではテーマ52「中性子等量子ビームを用いた構造材料等解析技術の開発」と連携して開発を進めた。

このうち、鋼中の空間分布の解析手法としては、2015年度に導入した軟X線分光分析装置を用いた解析技術を対象に検討を行った。軟X線分光分析技術は、基本的な原理はエネルギー分散型X線分光分析 (EDS) と同様に、試料に電子線を照射した際に、照射位置の元素に応じた特性X線を検出して評価する技術であるが、EDSのように特性X線のエネルギーをエネルギー検出器で測定するのではなく、特殊な回折格子を用いて回折させることで、エネルギー分解能を高めつつ、EDSでは検出

が困難な低エネルギー側に回折条件を合わせることで軽元素の検出を精度よく実現できる。また、このような低エネルギーの特性X線を励起させるのに必要な照射電圧が低くても良く、かつ、S/Nが高いため、照射電流も低くすることができるため、低電圧・低電流の電子線照射で、特性X線が励起される領域を狭めることで非常に高い空間分解能を実現することができる。

微視組織中の炭素濃度分布について、空間分解能と濃度分解能を改善するにあたり、1.5% C 鋼に Cr 膜を蒸着し、炭素の含まれる領域、炭素の含まれない領域を明確に切り分けたモデル合金を作製した。このモデル合金を用いて、SEM ベースで軟 X 線分光分析による炭素濃度分布の空間分析能の評価を行った。SEM ベースでの空間分解能評価では、特性 X 線の発生する領域を狭めるために低加速電圧、低照射電流化することで空間分解能を高められる。しかし、電子線照射時に試料に付着する C コンタミネーションが分析精度に悪影響を与えるためその対策が必要となる。ここでは、C コンタミネーションの悪影響を抑制する方法として、試料に測定中もガスクラスターイオン (GCIB) を照射することにより炭素のみを除去することで、C 濃度の高空間分解能の解析を試みた。

なお、空間分解能と濃度分解能の計算方法を図 3-2.6.1-13 に示す。空間分解能は、H、L の間の 20%、80%を示す位置の間の距離で定義した (図中 c)。濃度分解能は、高濃度域、低濃度域の平均濃度をそれぞれ H、L としたときに、H と L の差「a」、バックグラウンドノイズの σ 「b」を用いて、

$$\text{濃度分解能} = b/a \times (C \text{ 量}@H - C \text{ 量}@L) \quad \text{式 (1)}$$

と定義する。

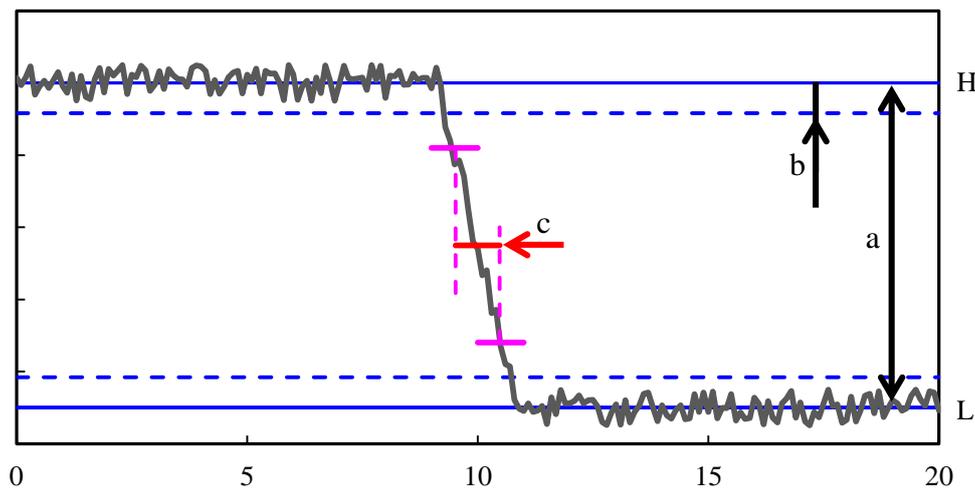


図 3-2.6.1-13 分析精度 (空間分解能、濃度分解能) の定義

図 3-2.6.1-14 に軟 X 線分光分析の分析位置の測定前後の SEM 写真と分析結果を示す。GCIB を照射しない場合は、C 濃度分布が複雑な形状を示した。これは、測定後の SEM 写真からわかるように、電子線の照射による C コンタミネーションの形成によ

るものと考えられる。一方、GCIBを照射した場合は、Cr膜と1.5%C鋼で明瞭な信号の違いがあり、これがC濃度分布を示していると考えられる。

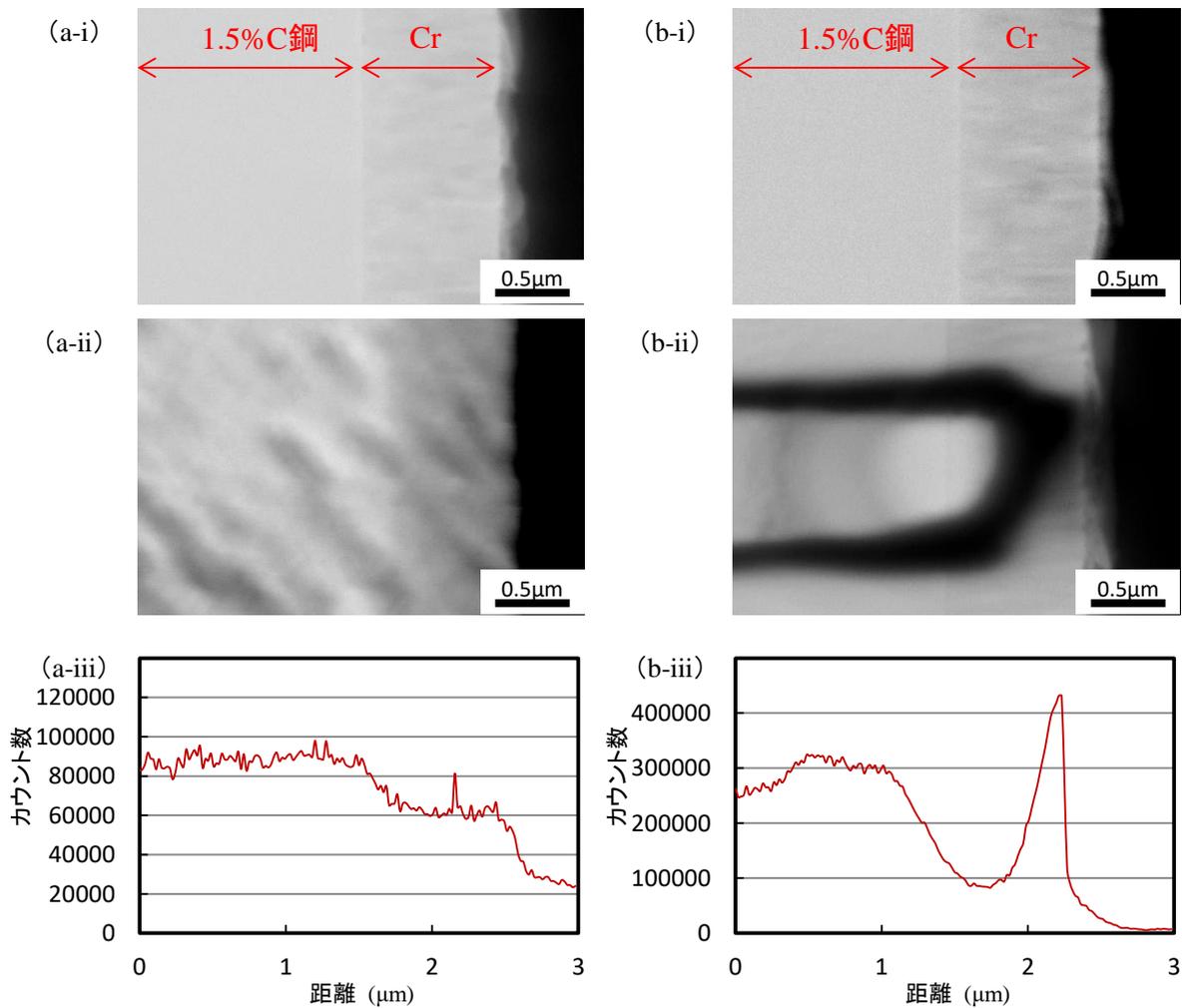


図 3-2.6.1-14 分析位置の測定前(-i)、測定後(-ii)の SEM 写真と分析結果
(a) 5kV, 20nA with GCIB, (b) 5kV, 20nA without GCIB

この部分プロファイルから空間分解能および C 濃度分解能を求めると、それぞれ 140nm、0.14%と目標に相当する解析能力を確保することができた。

以上のように、SEM ベースでの C 濃度の分析において、軽元素の分析に優位性のある軟 X 線分光分析装置を用いながら、電子線の低加速電流・低照射電流により特性 X 線の発生領域を狭めると共に、C コンタミネーションを GCIB で除去することにより、空間分解能の目標である 200nm 以下の 134nm、濃度分解能の目標である 0.1% 以下に対して、0.14%と有効数字ベースで言えば目標の解析能力を実現できる技術を構築できた。

なお、加速電圧、照射電流の制御により、空間分解能と濃度分解能は制御できる。ただし、この二つのパラメータはトレードオフの関係を示すため、現在、目標より良好な空間分解能を低下させ、逆に濃度分解能を高められるように、加速電圧、照射電

流をやや高めることで、よりバランスの良い解析を実現できるようになると想定される。

⑤中性子を活用した大領域統計的解析手法の開発【北海道大学】

ブラッグエッジ法を利用した格子定数評価を進めていくにあたり、0.1%C以下で炭素濃度を変化させたシリーズをこれまでの中高炭素鋼(0.8~1.5C)に加え、ラボスケールの中性子源を利用して検討した。検討結果は0.1%C以下ではX線回折の結果と同様に炭素量と格子定数との間に有意な差は観測されなかった。本評価では透過率の波長微分を取ることで、面間隔の2倍に相当する波長位置でピーク出現する波長微分法による解析を行った。この手法は、通常回折法との比較が容易で、ブラッグエッジ解析の第1歩として有効であることを見いだした。この手法により、0.6%C以上では炭素量と格子定数に定量的な関係が観測できた。とくに、ピーク幅においても放射光X線と類似した関係が見られた。今後、分解能重視型のモデレータを試験することで炭素分布幅の検討にもつながることがシミュレーションの結果から明らかにされた。

⑥中性子を活用した大領域統計的解析【北海道大学】

革新鋼板の強度－伸びバランスを高めるためには残留 γ の状態が重要であり、その状態解析を行うことが重要である。革新鋼板の強度－延性バランスの向上には残留 γ の安定度を広く制御することが有効という仮説を持ち、特性向上を図っているため、その制御技術を高めていくためには残留 γ の安定度の把握のため、残留 γ 中の炭素濃度の解析が重要と考えている。その解析手法として、中性子回折を活用したピーク解析によるマクロな炭素濃度分布解析と、残留 γ 中の炭素濃度の存在状態のミクロ解析の両面から取り組んでいる。

中性子回折に関しては、中性子回折の分解能を向上させるための検討を行い、デカップルド型の簡易モデレータを作製し、以前のカップルド型との比較を行った。その結果を図 3-2.6.1-15 に示す。共に、オーステナイト炭素鋼の解析を行ったところ、カップルドに比べ、デカップルドにすることで指数面での強度変化がクリアに表れるようになった。これは各指数面での面間隔と、中性子の波長がブラッグ条件を満たした際に、回折が起こることで透過光の不連続性が現れることを表しており、この変動がクリアに現れることは炭素濃度解析に必要なピーク解析がより精度よく実施できることを示唆している。ただし、このような処理を施すことで、中性子の回折強度の低下が顕著に起こるようになるため、解析に十分な信号量を検出するためには、測定時間がかかるようになる。

以上のように中性子回折を活用した解析を実施するための基盤が構築できたが、一方で中性子解析技術については本プロジェクトとしての戦略・基盤研究を進めていくこととなったため、2018年度以降はテーマ 52「中性子等量子ビームを用いた構造材料等解析技術の開発」にて更なる技術開発を進めることとなった。

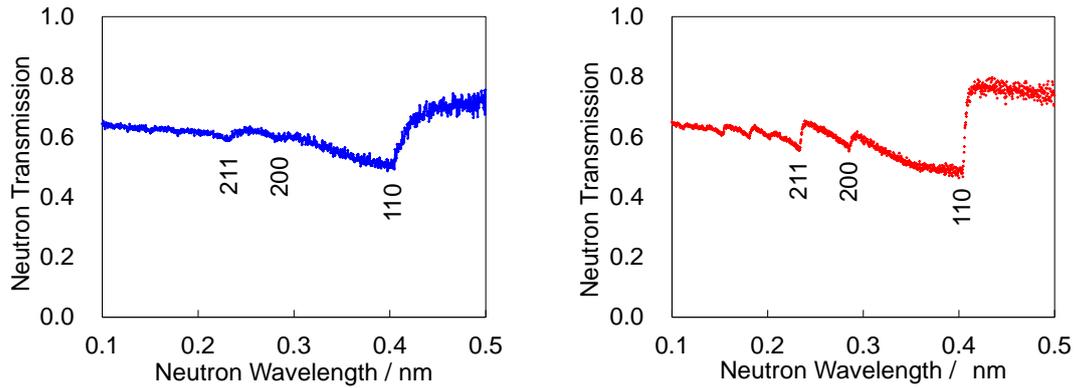


図 3-2.6.1-15 分解能向上前（左図）後（右図）のフェライトのブラッグエッジ測定結果

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.6.1-6 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
2015FY	0	0	7	1	0	0	0	0	1
2016FY	0	0	4	0	0	0	0	0	1
2017FY	0	0	3	0	0	3	0	0	2
2018FY	0	0	2	0	0	0	0	0	1
2019FY	1	0	0	0	0	0	0	0	0
2020FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
2021FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2022FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
合計	1	0	16	1	0	3	0	0	8

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.6.1-7 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願 [※]
2013FY	0	0	0
2014FY	2	0	0
2015FY	0	0	0
2016FY	3	0	0
2017FY	0	0	0
2018FY	1	0	0
2019FY	0	0	1
2020FY	0	0	0
2021FY	0	0	0
2022FY	0	0	0
合計	6	0	1

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.6.1.3 参考文献

- 1) O. Matsumura, Y. Sakuma and H. Takechi: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 27 (1987), 570.
- 2) O. Matsumura, Y. Sakuma, Y. Ishii and J. Zhao: ISIJ Int., 32 (1992), 1110.
- 3) Georg Frommeyer, Udo Brüx and Peter Neumann: ISIJ Int., 43 (2003), 438.
- 4) C.Garcia-Mateo, F.G.Caballero: Mat. Trans. JIM, 46 (2005), 1839.
- 5) E.De Moor, J.G. Speer, D.K. Matlock, J.H. Kwak, S.B.Lee: ISIJ Int., 51 (2011), 137.

2.6.2 [テーマ番号 2 3]

軽元素の有効利用による革新鋼材の開発（2014 年度～2018 年度）

軽元素を有効に用いた革新鋼材の耐食性および成形性向上技術の開発（2019 年度～2022 年度）

2.6.2.1 テーマの概要

(1)背景と目的

構造材料としての鉄鋼材料で求められる性質は、強度、延性、靱性、耐環境性、等であり、種々の合金元素の添加と組織制御法の選択により、特性の向上が図られている。しかしながら、上記の合金元素の中には埋蔵量が少なく、高価な上に資源リスクが懸念されるものがある。また、鉄中への均一分散が難しく、高温で長時間の熱処理が必要な元素もある。また、一旦、鉄中に固溶すると、分離が難しく、リサイクルの障害になる元素もある。したがって、これらの合金元素の使用量を極力低減しつつ、従来の鉄鋼材料を超える特性が得られれば、コスト削減、資源リスクの回避、易リサイクル性の観点で、社会へのインパクトは大きい。しかしながら、鉄鋼材料における省元素技術の確立のためには、各元素の機能の発現機構の解明とともに、合金元素の代替技術の確立が必要である。

本事業では、稀少元素の添加量を極限まで抑えられた次世代中高炭素鋼の開発を目標とし、鋼材の金属組織を精密に制御し、稀少元素に代えて鋼材中の軽元素が強度や延性などの特性に及ぼす機能を最大限に発揮させる技術などの高度化を図った。また同時に、中高炭素鋼開発の加速化に貢献する革新的な解析・評価技術を開発した。さらに、中高炭素鋼の実用性評価のための成形性、潤滑加工性、耐食性、等の評価技術を開発した

(2)目標値

表 3-2.6.2-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第 1 中間目標 (2015 年度末)	第 2 中間目標 (2017 年度末)	第 3 中間目標 (2020 年度末)	最終目標 (2022 年度末)
革新鋼材の開発 (2014～2022 年度)	稀少元素添加量 10wt%未満で、引張強度 1.2GPa 以上、伸び 15%以上を有する中高炭素鋼を実験室レベルで二次試作し、引張特性、加工性、成形性、等を評価。	・希少元素添加量：10wt%未満 ・引張強度：1.5Gpa 以上 ・伸び：20%以上を有する中高炭素鋼の材料設計と組織制御を行う。	軽元素の有効利用により 1.5GPa×20%の特性を持つ革新鋼材において、工業化に向け諸特性の再現性を確認する。さらに現行汎用材と同等以上の耐食性と成形性を維持する表面設計指針を示す。	マルチマテリアルを前提とする実用化に向けた準備と課題整理を行う。

革新鋼材の表面作りこみ技術の開発 (2014～2022年度)	軽元素を利用して、耐環境性を向上させる材料設計手法を検討。	高強度鋼材の腐食特性および摺動特性の評価技術を確立する。	1.5GPa×20%の特性を持つ革新鋼材において、腐食特性および摺動特性の評価技術を確立するとともに、現行汎用材と同等以上の耐食性と成形性を維持する表面設計指針を示す。	マルチマテリアルを前提とする実用化に向けた準備と課題整理を行う。
-----------------------------------	-------------------------------	------------------------------	--	----------------------------------

(3)全体計画

本テーマでは、稀少元素添加量 10wt%未満で高強度を有する中高炭素鋼を実験室レベルでサンプルを試作し、引張強度、延性、熱間加工性に及ぼす微量元素の影響、等に関わるデータ採取を行う。また、微量元素単体およびその化合物は鋼の組織や特性に大きく影響することから、組織形成に及ぼす微量元素の影響を解明するためのその場観察装置（中・高温域の組織観察その場解析装置、等）の開発および、熱力学データの構築に必要な基礎データを取得する。

本検討では、さらに実装時の実用性能評価を見据え、超高強度鋼の成形性評価技術、耐食性評価技術の開発を行い、試作した革新鋼材を用いて、強度、延性、耐環境性、等々を評価し、実用材料としての可能性とマルチマテリアル化への発展性を見極める。

具体的な計画を以下に記す。

【第1期目標（2015年度末）】

- ・稀少元素添加量 10wt%未満で、引張強度 1.2GPa 以上、伸び 15%以上を有する中高炭素鋼を実験室レベルで二次試作し、引張特性、加工性、成形性、等を評価。
- ・軽元素を利用して、耐環境性を向上させる材料設計手法を検討。
- ・高温での粒界移動、結晶方位変化の計測。
- ・小型サンプルを用いた成形限界ひずみおよび曲げ性に関する評価方法の検討。

【第2期目標（2017年度末）】

- ・稀少元素添加量 10wt%未満の中～高炭素鋼をベースにして、引張強度 1.5GPa 以上、伸び 20%以上を有する高強度鋼の材料設計と組織制御を行う。
- ・軽元素の有効利用による耐環境性を向上させる材料設計手法を確立する。
- ・高強度鋼材の腐食特性および摺動特性の評価技術を確立する。

【第3期目標（2020年度末）】

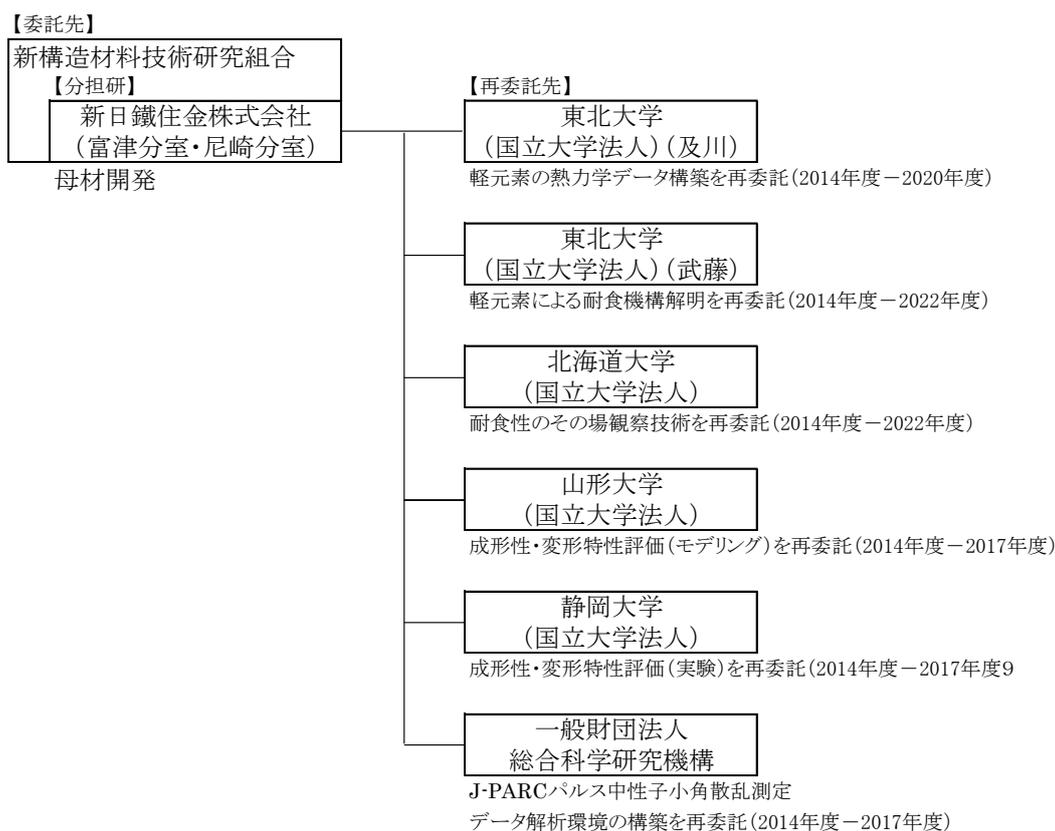
- ・軽元素の有効利用により 1.5GPa×20%の特性を持つ革新鋼材において、工業化に向け諸特性の再現性を確認する。さらに現行汎用材と同等以上の耐食性と成形性を維

持する表面設計指針を示す。

【最終目標（2022年度末）】

- ・ 1.5GPa×20%の特性を持つ革新鋼材において、腐食特性および摺動特性の評価技術を確立するとともに、現行汎用材と同等以上の耐食性と成形性を維持する表面設計指針を示す。
- ・ マルチマテリアルを前提とする実用化に向けた準備と課題整理を行う。

(4)実施体制



(5)運営管理

日本製鉄内および再委託先間で定期的な進捗会議を実施し、適切な運営管理に努めてきた。具体的には、1回/年の頻度で、当社幹部（鉄鋼研究所所長、先端技術研究所）へのキックオフおよび進捗報告会議を実施した。さらに、実務者間で、1回/月の進捗会議および、2～5回/年の頻度で再委託先との進捗会議を実施した。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

本プロジェクトで開発を目指す高強度高延性中高炭素鋼は、所謂、第4世代に該当する高性能な鋼材であり、多分野での適用が期待される。また、資源枯渇のリスクを有するレアメタルの使用量を削減することで、安定的な供給が可能となる。本プロジェクトにおいて、開発鋼材の特性と製造方法が確定した後、具体的な費用対効果を算出する。

2.6.2.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.6.2-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
革新鋼材の開発	1.5GPa×20%の特性を持つ革新鋼材において、工業化に向け諸特性の再現性を確認する。さらに現行汎用材と同等以上の耐食性と成形性を維持する表面設計指針を示す。	軽元素の有効利用により1.5GPa×20%の特性を満足する革新鋼材を試作し特性の安定性を確認。さらに機械特性、耐食性、摺動性に有効な微量軽元素群を確認、鋼材での存在状態の絞り込みに成功。それらを有効に利用できる製造条件確認に成功した。	◎	
革新鋼材の表面作りこみ技術の開発	1.5GPa×20%の特性を持つ革新鋼材において、現行汎用材と同等以上の耐食性と成形性を維持する表面設計指針を示す。	革新鋼材の耐食性評価技術および固溶軽元素の耐食性に及ぼす作用検討手法開発。耐食性と成形性維持に貢献する軽元素群をそれぞれ見出し、存在状態、機能を明確にした。	◎	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

本事業の独自性は、高機能を有する鉄鋼材料の設計において、軽元素の有効利用を目的とし、粒界偏析や表面偏析の最適化を図る点にある。軽元素は鋼材中での拡散速度が速いため、動的挙動は未解明である。しかしながら、高温での in-situ 解析技術などの先進解析技術と精緻な計算科学と有機的に融合すれば、鋼中での軽元素のダイナミクスに基づくマルチスケール設計が可能となり、軽元素の機能を最大限発揮するための革新的組織制御技術の提案が可能となる。

汎用鋼で、合金鋼以上の超高強度－高延性を保証するとともに、必要となる信頼性、加工性などの実用特性を発揮すれば、構造材料としての適用範囲が拡大し、鉄鋼製品の製造工程を含んだトータルエネルギー消費量ならびに CO₂ 排出量は格段に削減できる。また上記の基盤技術をベースに軽元素の合金元素を組み合わせれば、極めて高機能を有する鉄鋼材料の創製が可能となり、国際競争力の向上に大きく寄与するものと

期待される。

本テーマでは、稀少元素添加量 10wt%未満で高強度を有する中高炭素鋼を実験室レベルでサンプル試作し、引張強度、延性、熱間加工性に及ぼす微量元素の影響、等に関わるデータ採取を行ってきた。微量元素単体およびその化合物は鋼の組織や特性に大きく影響することから、組織形成に及ぼす微量元素の影響を解明するためのその場観察装置（中・高温域の組織観察その場解析装置、等）の開発および、熱力学データの構築に必要な基礎データを継続して取得している。また、構造材料としての信頼性や製造性に影響するプレス摺動性といった利用特性を開発段階の小サイズの試験片を用いて把握・定量化するための解析・評価技術開発の検討を行った。

母材開発にめどが付きつつある過程で、主に量産、社会実装時に必要となる特性、加工性、摺動性、耐食性などについて、プロジェクト後半から本格的な取り組みをスタートさせた。

加工、摺動性を評価するための、摺動評価装置の構築をすすめ、本鋼材の摺動特性向上を進めた。

耐食性向上のために、東北大、北海道大に研究を再委託し、本鋼材に特徴的な軽元素を活用した耐食性の向上研究を展開した。

(2)-1 革新鋼材の開発

2015 年度までは、炭素の有効利用の観点から高炭素鋼をターゲットとした革新鋼材の設計と特性の評価を行った。具体的には稀少元素添加量 10wt%未満の範囲で、引張強度 1.2GPa 以上、伸び 15%以上の特性実現するための組織制御と加工熱処理条件の適正化を図った。

2016 年度以降は、炭素を含めた軽元素の有効利用の可能性を検討した。具体的には、炭素量 0.5%以上を含む単純組成鋼に、3 種類の軽元素を添加した鋼材について、引張強度 1500MPa 以上、伸び 15%以上の特性を得るための組織制御方法を検討した。

実験室レベルで 0.6%C-0.2%Si-0.2%Mn 鋼に軽元素を適宜添加したインゴット (150kg) を真空溶解により作製し、熱間圧延により板状サンプルを得た。サンプルのサイズは、板厚：1.6mm～3mm、板幅：80～160mm、板長：約 1000mm である。板材サンプルはその後、オーステナイト処理後、マルテンサイト組織を得た。

図 3-2.6.2-1 に試験材の引張特性を示す。従来のマルテンサイト鋼は高強度を有するものの、伸びが低位であった。一方、開発材では伸びが向上し、ベース鋼および軽元素添加鋼 1 において引張強度 1500MPa、全伸び 15%以上を示した。さらに、軽元素添加材 2 および 3 では、強度が更に向上し、引張強度 1800MPa 以上、全伸び 13%以上を有することが確認された。図 3-2.6.2-2 は開発材の組織の EBSD 解析および TEM 観察結果の一例を示す。開発材は粒径約 1 μ m のオーステナイトからの焼き入れによって得られたマルテンサイト組織であり、フェライト相やオーステナイト相はほとんど認められない。図 3-2.6.2-3 に引張試験による降伏近傍の挙動を示す。いずれも焼き入れマルテンサイトに特徴的な連続降伏型である

が、オーステナイトの細粒化により、マルテンサイトの降伏強度が上昇する傾向を示す。さらに、軽元素を添加すると降伏強度が大きく増加するものもあり、旧オーステナイト粒の細粒化と軽元素添加の相乗効果によりマルテンサイトの高強度化が実現することが明らかとなった。

図 3-2.6.2-4 は旧オーステナイト粒径に及ぼす軽元素添加の効果を示す。軽元素の添加により旧オーステナイト粒の粗大化が抑制される。また、旧オーステナイト粒が微細であるほど、引張強度－全伸びのバランスが向上する傾向を示す。したがって、旧オーステナイト粒の微細化は、マルテンサイトの延性改善にも有効と判断された。

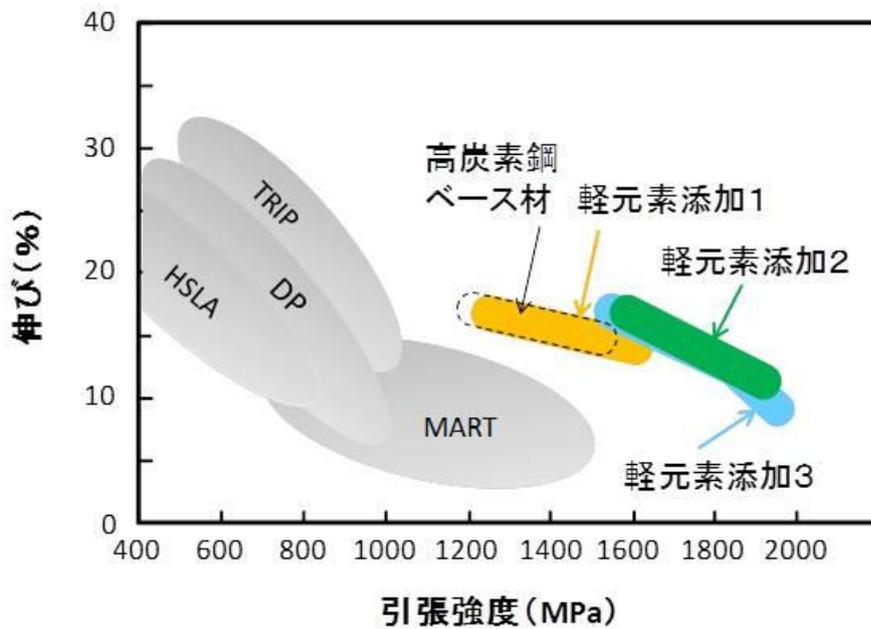
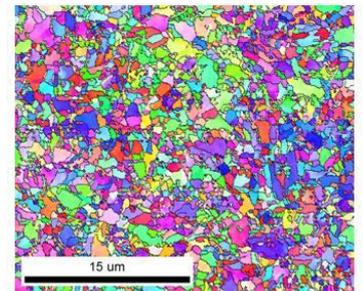
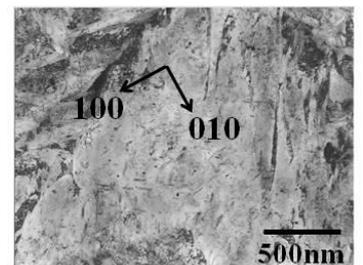


図 3-2.6.2-1 開発材の引張特性



(a) EBSD解析例



(b) TEM観察例

図 3-2.6.2-2 開発材の組織

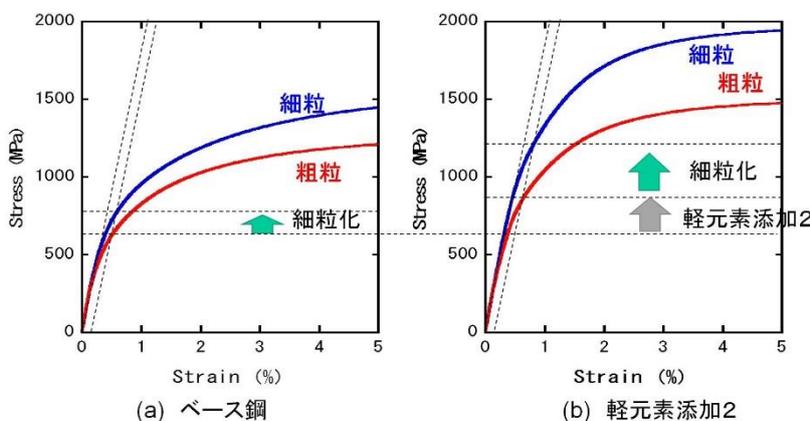


図 3-2.6.2-3 開発材の降伏挙動

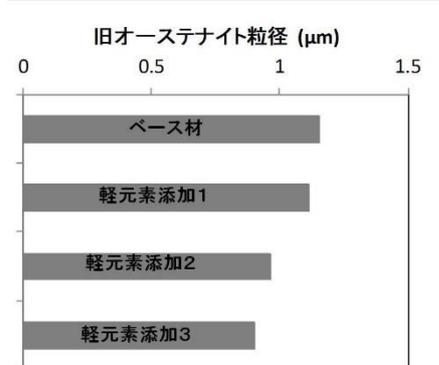


図 3-2.6.2-4 開発材の旧オーステナイト粒径

(2)-2 中高炭素鋼の中高温領域組織変化のその場観察装置の開発

500～1200℃の中高温領域における鉄鋼材料中の結晶粒のイオンビームによる走査イオン（SIM）像観察と電子ビームによる結晶方位解析（EBSD）が可能な複合解析装置を製作した。図 3-2.6.2-5 及び図 3-2.6.2-6 に富津分室に導入された「その場観察装置」の外観を示す。この装置は、市販の集束イオンビーム加工装置（FE-SEM/FIB）



図 3-2.6.2-5 開発されたその場観察装置の外観（本体部）



図 3-2.6.2-6 開発されたその場装置の外観（制御部）

をベースに改造を行ったもので、試料移動を伴うことなく SIM 像観察と EBSD が可能なように、イオンビームと電子ビームの角度関係や検出器の配置を最適化した。装置は、図 3-2.6.2-7 に示すように、イオンビームを発生させるイオン銃、電子線を発生させる電子銃、イオン像の検出に用いる検出器、EBSD 測定に用いる EBSD 検出器の 4 つのパーツで構成されている。また、観察試料を 500～1200℃の中高温領域に加熱するための加熱装置（図 3-2.6.2-8）も装備している。純 Fe 板を用いた試験で試料温度が 1200℃まで到達することを確認した。



図 3-2.6.2-7 電子銃、イオン銃、各検出器の配置

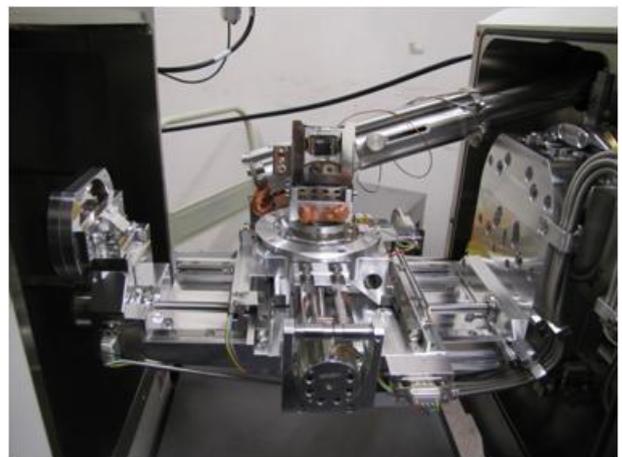


図 3-2.6.2-8 試料加熱装置

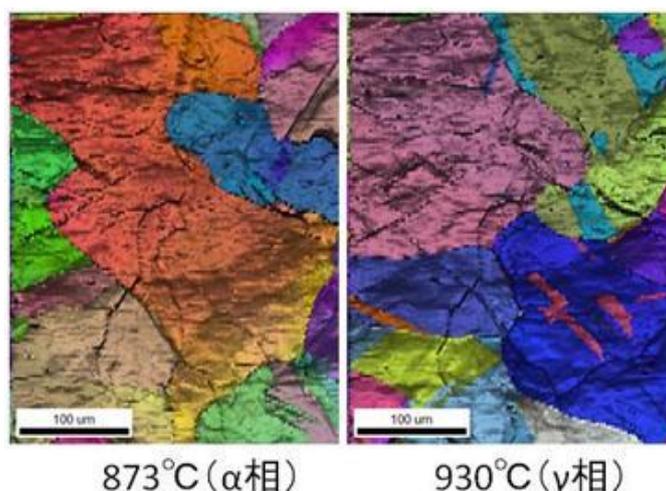


図 3-2.6.2-9 純 Fe の相変態挙動の観察 (EBSD 測定, IPF マップ)

図 3-2.6.2-9 には加熱に伴う純 Fe の相変態をその場観察した結果を示す。純 Fe の α 相 (bcc 構造) から γ 相 (fcc 構造) への相変態温度は 912°C であり、その前後の温度で結晶粒形態や結晶方位の変化が観察された。また、SIM 像による結晶粒形状変化のその場観察も可能となった。今後、導入装置を駆使し、革新鋼材の特性向上と製造条件の最適化のための基礎データを取得していく予定である。

(2)-3 軽元素の粒界偏析の解析技術

軽元素は粒界偏析傾向が高い。したがって、組織制御や特性制御において、各元素の粒界偏析傾向、偏析量、およびその予測技術の確立が課題である。

2016 年度は、高炭素鋼中の B の粒界偏析について解析および予測方法を検討した。図 3-2.6.2-10 は TOF-SIMS による B の粒界偏析の観察例である。従来、TOF-SIMS により極低炭素鋼における B の粒界偏析は観察されていたが、高炭素鋼マルテンサイト組織の旧オーステナイト粒界での B の偏析を直接観察することは困難であった。しかしながら、サンプル表面の調整を適正化することにより、高炭

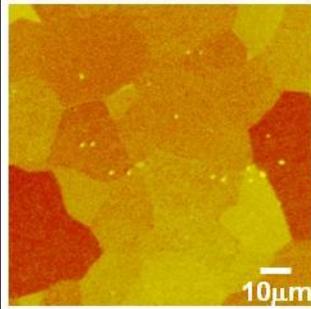
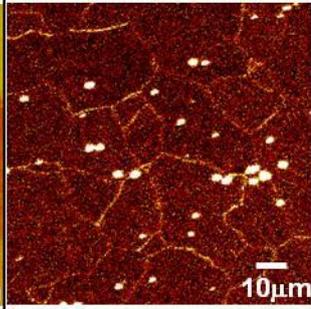
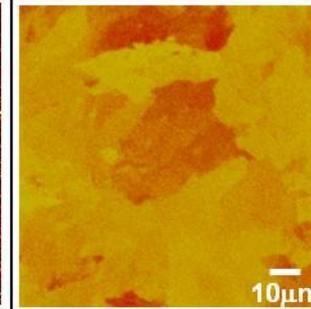
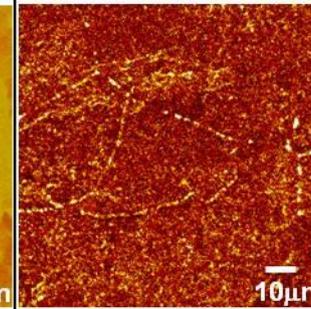
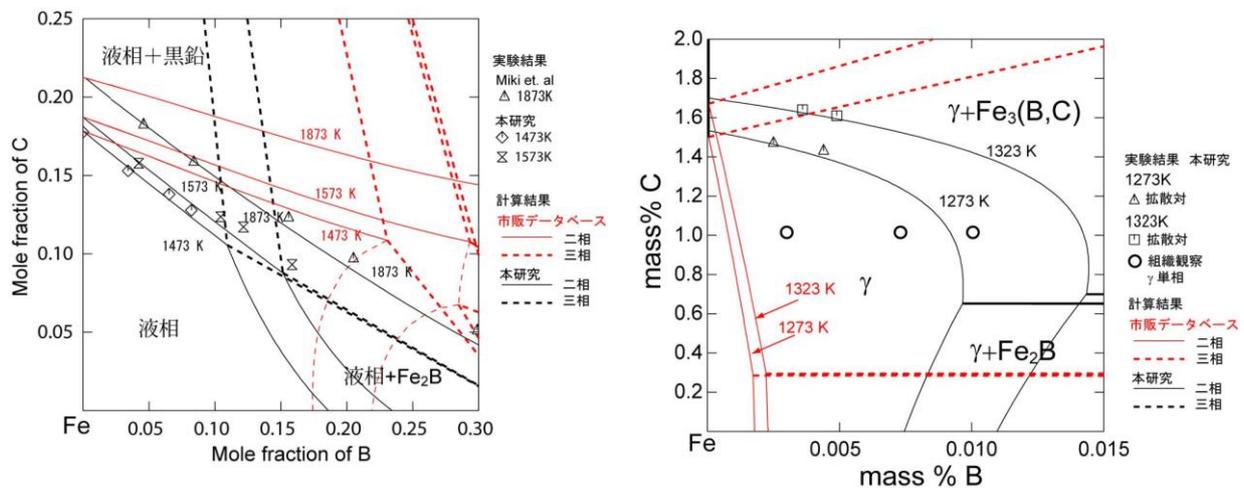
低炭素B鋼(フェライト)		中高炭素B鋼(マルテンサイト)	
Fe-posi	BO ₂ -nega	Fe-posi	BO ₂ -nega
			

図 3-2.6.2-10 TOF-SIMS による鉄中 B の粒界偏析の観察例

素鋼でも、旧オーステナイト粒界での B の偏析を明瞭に検出することが可能となった。

粒界偏析の予測については、共同 (東北大 及川先生への再委託) 研究として

取り組んだ。具体的には、熱力学に基づく Hillert の粒界相モデルで粒界偏析を予測する。しかしながら、高炭素鋼中の軽元素の熱力学パラメータは必ずしも十分に確立していない。したがって、モデル実験により、熱力学データベースの高精度化を図った。図 3-2.6.2-11 の Fe-B-C 系の平衡状態図に示すように、データベースの修正により、液相／固相間かつ高炭素－高 B 側の状態図が大きく変化する。粒界相モデル（図 3-2.6.2-12）は液相／母相の自由エネルギーが基本となるため、粒界偏析予測値に大きく影響する。図 3-2.6.2-13 は B の粒界偏析量に及ぼす炭素量の影響を計算したものであるが、従来の計算では B の偏析量が過大に見積もられていたことになることがわかった。他の軽元素についても熱力学データベースを確立し、予測精度の向上を図った。



(a) Fe-B-C 状態図 (液相)

(b) Fe-B-C 状態図 (γ 相)

図 3-2.6.2-11 Fe-B-C 状態図の高精度化および修正

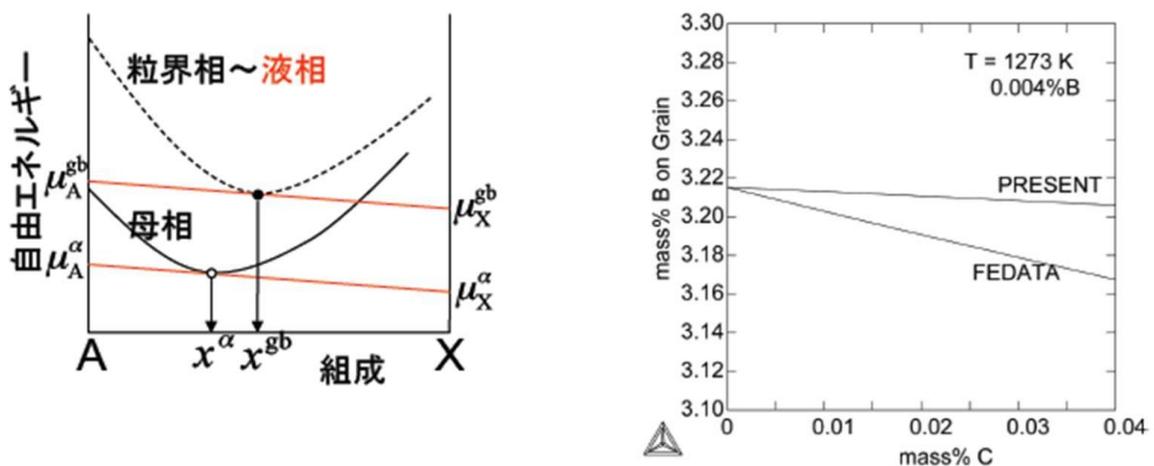


図 3-2.6.2-12 Hillert の粒界相モデル

図 3-2.6.2-13 B の粒界偏析に及ぼす炭素量の影響 (修正データベースによる粒界偏析解析)

(2)-4 粒界偏析の原子オーダー解析のためのサンプル作製技術の確立

粒界・粒内に存在する軽元素の役割の把握のため、粒界の原子オーダー解析が必須である。しかしながら、そのためにはサンプル作製においても高度な技術を必要とする。そこで、2015年度末に、高分解能 TEM 試料作成向けに、狙いのミクロンレベルエリアに限定して極薄膜領域を作成できる装置（図 3-2.6.2-14）を導入し、サンプルの作製技術の高度化を図った。サンプルを極薄化することにより、TEM 内磁場による試料湾曲の影響を受けにくくなり、狙い位置の原子分解能観察が可能となった（図 3-2.6.2-15）。今後、原子のマッピング技術を確立し、粒界や界面での軽元素の存在状態の解明を目指す。

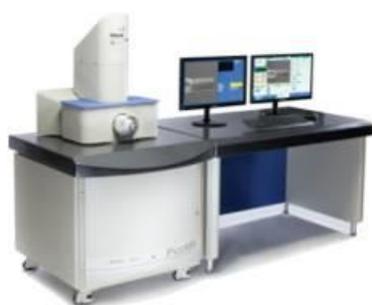


図 3-2.6.2-14 高分解能 TEM 試料作製装置

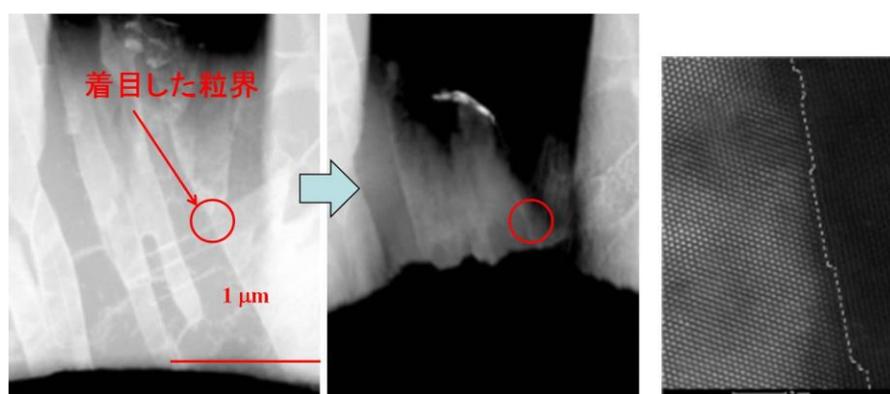


図 3-2.6.2-15 左記装置で作製したサンプルの高分解能電子顕微鏡像

(2)-5 耐環境性の評価手法の検討

革新鋼材の実用性能評価の一環で、耐食性の評価方法を検討した。前述の通り、開発材は耐食性を向上させる合金元素の使用量を最小限に抑えている。さらに、極微細な組織を有することから、腐食起点が多いことが想定され、耐食性向上の観点での組織制御を検討する必要がある。具体的には、耐食性に及ぼす金属組織要因（例えば、粒界、結晶方位、欠陥、介在物、偏析、等）の影響を明らかにして、腐食リスクを下げる組織設計手法を提案する。

そのため、2016年度は、再委託先と共同し、マイクロ組織毎の耐食性評価、腐食生成物の解析技術開発に取り組んだ。

図 3-2.6.2-16 はマイクロ電気化学計測によるパーライト鋼の腐食挙動を評価した一例である。in-situ リアルタイム観察用マイクロ電気化学システムを用いて、アノード分極中の電極面を観察することにより、パーライト鋼中の組織毎の孔食発生機構を動画として捉え解析することに成功した。更に、ラマン分光法による腐食生成物の二次元解析にも成功した（図 3-2.6.2-17）。その後、マルテンサイト等、他の組織に横展開した。

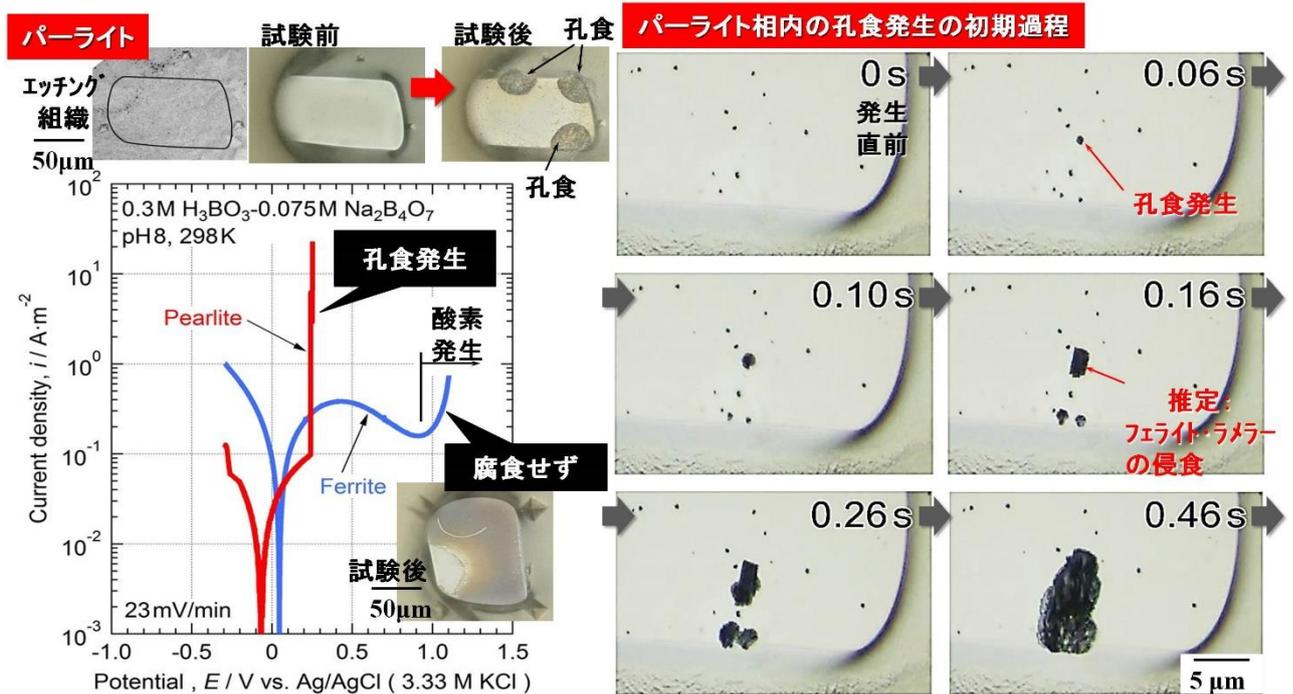


図 3-2.6.2-16 マイクロ電気化学計測による異相界面腐食性評価技術

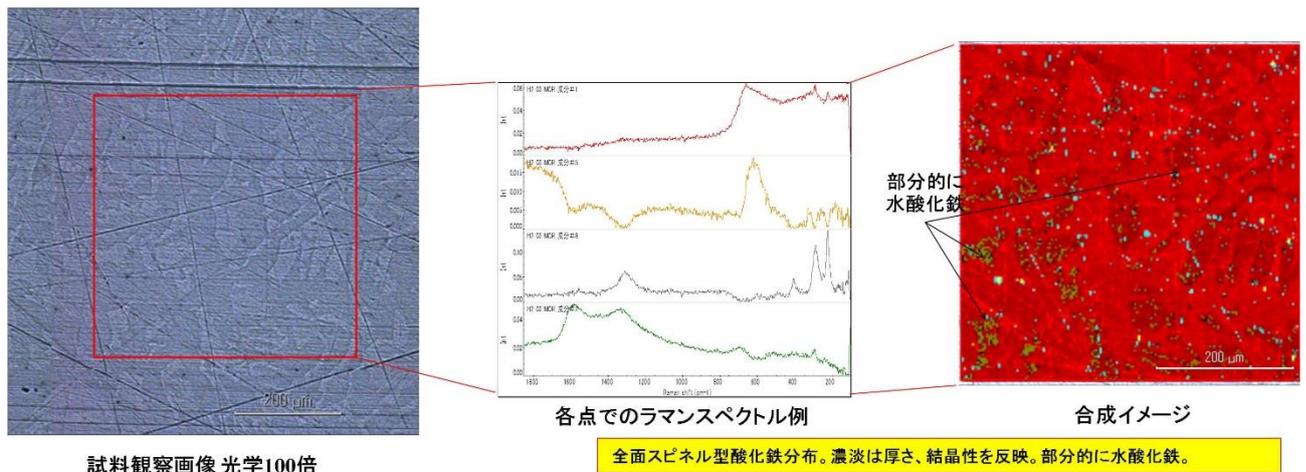


図 3-2.6.2-17 腐食生成物の局所構造解析技術開発

(2)-6 革新鋼材の加工性評価技術開発

革新鋼材を薄板として使用する場合、主要な成形様式である張出し、深絞り、伸びフランジ、曲げの評価が必要である。しかしながら、実験室レベルで試作可能なサンプルは幅狭であることから、小型試験片で評価可能な成形性評価技術開発に取り組んだ。

図 3-2.6.2-18 は 2016 年度に設計、製作した小型成形試験機である。小型試験片を用いて張出し成形過程のひずみを in-situ で計測することにより、各種ひずみ状態におけるプレス成形性を評価することが可能となった。図 3-2.6.2-19 は小型曲

げ試験機である。曲げ破断の進展過程を測定することにより、高強度鋼の曲げ加工特性の詳細な評価が可能になった。2017年度は小型試験片を用いた穴広げ性の評価技術開発を行った。

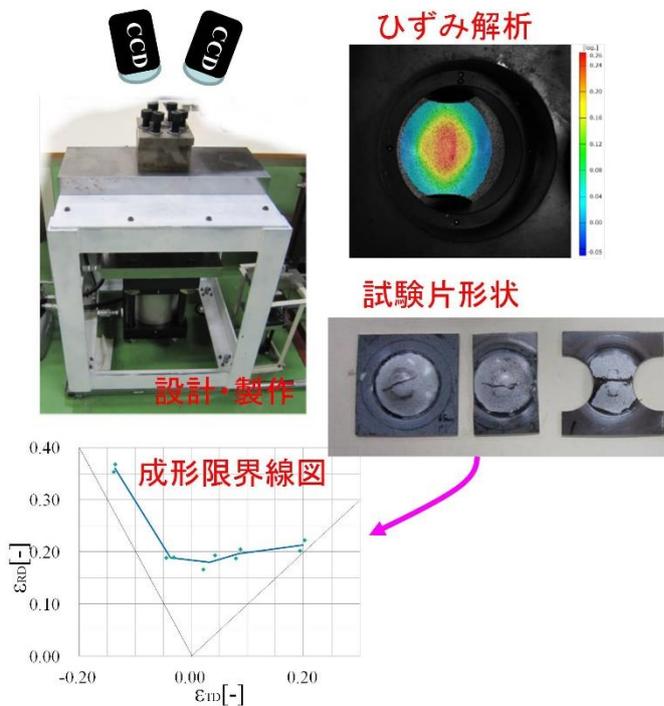


図 3-2.6.2-18 小型張出し成形試験装置

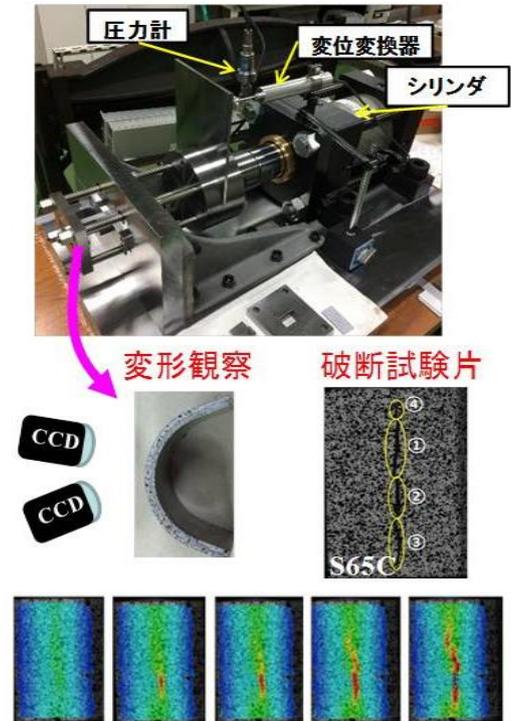


図 3-2.6.2-19 小型曲げ試験装置

(2)-7 摺動特性、信頼性評価方法開発

革新鋼材薄板の実用性を向上させるため、生産性や想定される使用環境での信頼性の向上は大きな課題となっている。生産性向上のためには、製造プロセスや加工時には、表面の摺動特性が重要である。また、本革新鋼材においては耐食性確保に有用な稀少元素を削減していることから、耐食性確保のため、表面処理して実用されることが想定される。それら摺動特性、表面処理プロセスを検討し、最適化するための評価技術開発を行った。開発すべき評価技術には、製造プロセスでの表面反応再現技術、表面状態形成技術、摺動特性評価技術を想定し、表界面解析装置を導入した。

図 3-2.6.2-20 に、導入装置外観を示す。試料の装置内への導入機構、導入後の試料を各処理、解析槽に搬送するためのディストリビューションチャンバーを中心に、クリーニング、アニール、蒸着など表面前処理および簡易な組成、構造評価が可能な前処理チャンバー、トライボ特性評価チャンバー、各種ガス雰囲気下で高温熱処理可能なリアクターチャンバー、革新鋼材の耐食性向上に必要なとされる模擬表面処理が可能な熔融金属コーティングチャンバー、試料ストレージチャンバーなどを装備する。



図 3-2.6.2-20 導入装置外観

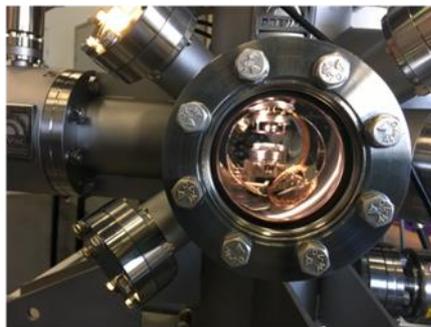


図 3-2.6.2-21 トライボ特性評価チャンバー

導入したトライボ特性評価チャンバーでは、生産性、加工性に及ぼす摺動特性評価のため、各プロセス環境を再現した中でのトライボ特性評価の実現を目指した（図 3-2.6.2-21）。

ラボ溶解した模擬鋼材を用い、フェライトパーライト組織(試料 1)、マルテンサイト組織(試料 2)、焼き戻し温度を変化させて作り分けたマルテンサイト組織鋼(試料 3、4、5)を作製した。それら試料の摺動特性を、開発したトライボチャンバー内で、トライボ特性を検討した。実験環境は、 $1 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 以下の超高真空を採用した。鋼材と接触する部材には、直径 10mm の SUJ2 ボールを用い、2N ないしは 10N の一

定荷重を印加しながら、1mm/s の速度での往復摺動下での、摩擦係数を評価した。図 3-2.6.2-22 に、室温（25℃）における荷重 5N での測定結果を示す。一部試料では、試料温度 500℃、荷重 5N での測定も実施した（図 3-2.6.2-23）。

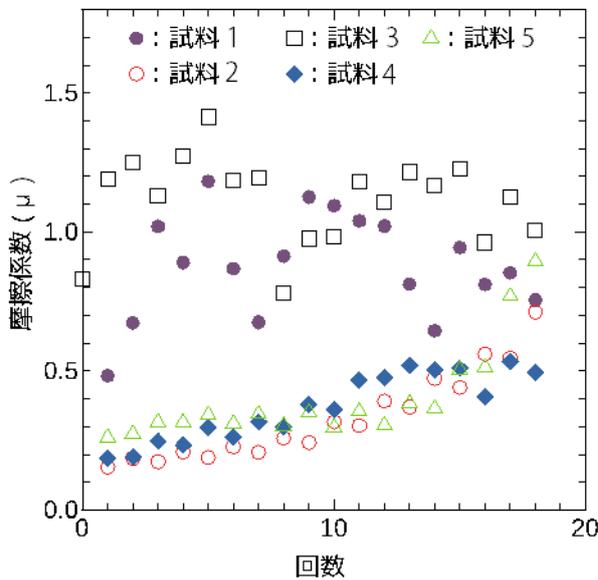


図 3-2.6.2-22 各試料の摩擦係数変化。
室温（25℃）で最大 20 回の往復摺動
下で実施

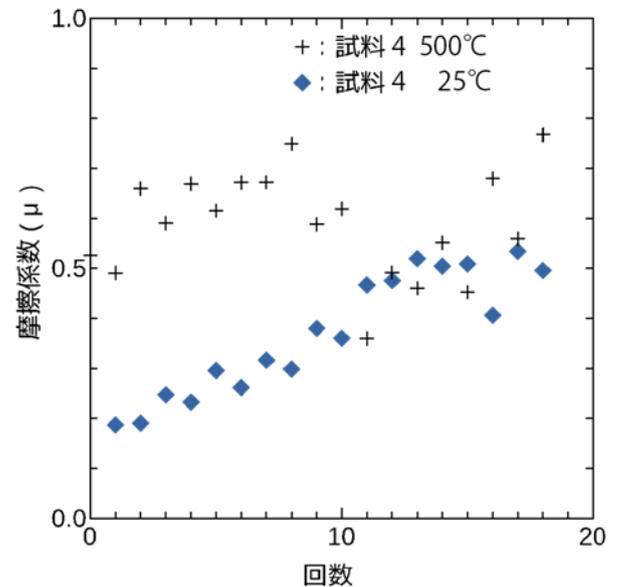


図 3-2.6.2-23 試料 4 における、試料温度、室温（25℃）および 500℃での摩擦
係数変化

図 3-2.6.2-22 から、試料 2 のマルテンサイト組織鋼では、初期、最も低い摩擦係数を示し、フェライト-パーライト組織鋼（試料 1）、焼き戻し温度の最も高温の試料（試料 3）は、初期、大きな摩擦係数を示すなど、組織と摺動特性の相間を得ることに成功した。一般的に、大気中での測定では、フェライト-パーライト組織鋼の摩擦係数も、マルテンサイト組織鋼の値と大差ないことが知られており、高真空下での測定でこそ得られた、組織の持つ、本質的な特性が評価可能となったと考えている。その後、回を重ねるごとにマルテンサイト組織鋼の摩擦係数も増加する傾向を示した。試料 4 では、25℃および 500℃での摺動特性評価も行った。その結果、500℃では、初期から大きな摩擦係数を示すなど、温度による摺動特性の差異検出にも成功した。

摺動特性には、材料のもつ機械特性に加え、環境下での摩擦の結果現れる新生面や同時に生成される摩耗粉の組成、構造のトライボ特性に及ぼす影響が広く議論されている。初期、小さな摩擦係数を示したマルテンサイト組織鋼の摩擦係数が徐々に増加した理由も、こうした摩耗粉の組成、構造が関与するものと考えられる。本装置を用いて、各種環境下で摩擦特性を評価し、組織因子と雰囲気、摩擦界面の状態、摩耗粉成分の関係を材料ごとに明確にし、開発材製造工程の最適化研究に活用した。

(2)-8 耐食性のその場観察技術の開発（北海道大学）

[背景]

鋼材の耐食性は、実際の使用環境を模擬した環境中、もしくはこれをさらに過酷に制御した環境中における、暴露試験または電気化学的加速試験等により推し量られている。しかしながら、これらの加速試験結果が実際の腐食結果を精確に予想するものとはならない等、従来の耐食性評価には問題を抱えている。本研究では、軽元素による耐食性の向上及び稀少元素の代替技術の探索のためのその場観察技術を検討し、実際に中高炭素鋼及び稀少元素削減材について耐食性皮膜を評価した。

本研究では、耐食材料開発のため腐食過程のその場分析技術として、可視光を用いた分析技術の検討を行い、特に電気化学偏光反射顕微鏡の有効性を見出し、溶液フローセルとの組み合わせ分析法のレベルアップを図ってきた。結果、流体力学的な電気化学現象の解析が可能となった。さらに、溶液フローセルと誘導結合プラズマ発光分光分析装置 (ICP-OES) を組み合わせたオンライン溶液分析測定系を構築した。結果、電気化学測定（対流ボルタンメトリー）に伴う反応生成物を下流の ICP-OES に移送することにより検出できるようになった。この時、電気化学セル内および移送流路内の物質拡散は不可避であり、本測定系内の電気化学測定と OES 間には時間応答のズレが生じるために物質検出効率の対応が難しいという問題があった。また、OES 単体の検出下限が高く、微量元素について感度よく測定できないことも課題であった。両課題については、いずれも装置改良により大きく改善できる見込みを得た。

[皮膜成長挙動解析技術の開発]

多電極法用溶液フローセルを作製した（図 3-2.6.2-24）。Fe-6Cr 試料電極の下流に2つのグラッシーカーボン（以下、GC）検出電極を設置したチャンネルフローマルチ電極セルとした。GC 電極で $\text{Fe(II)} \rightarrow \text{Fe(III)} + e$ および $\text{Cr(III)} \rightarrow \text{Cr(IV)} + 3e$ の酸化反応を行わせることで、試料から溶出する Fe(II)種および Cr(III)種をそれぞれ検出可能とした。以下、改良したチャンネルフロー三重電極法が可能な溶液フロー電気化学セルを組み合わせた偏光顕微鏡を耐食性皮膜の解析に適用した例について述べる。

弱酸性硫酸ナトリウム水溶液の層流対流下、Fe-6Cr を動電位アノード分極した際の不働態に到るまでの活性域において Fe(II)種の溶出量は対流の影響を受けないが Cr(III)種の溶出量は流速増大により減少することが見出された（図 3-2.6.2-25）。分極後に行なったオージェ電子分光分析の結果、対流下で不働態化した Fe-6Cr の最表面の Cr 濃度が増加したことから、活性態から不働態化するまでの溶液対流は Fe-6Cr の下地由来の Cr を不働態皮膜内に濃化させる効果があり、耐食性向上に有意であることが示唆された。

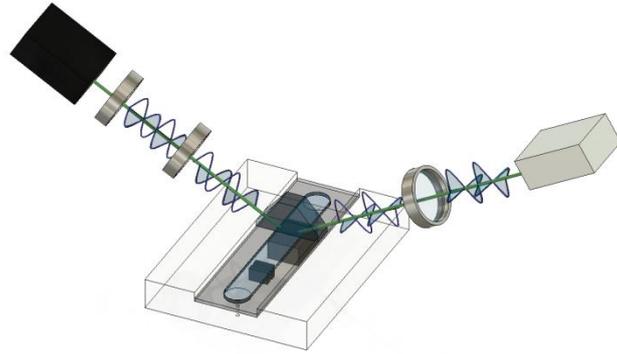


図 3-2.6.2-24 チャンネルフロー三重電極法が可能な溶液フロー電気化学セルを組み合わせた偏光顕微鏡の光学系と溶液流路の概略図

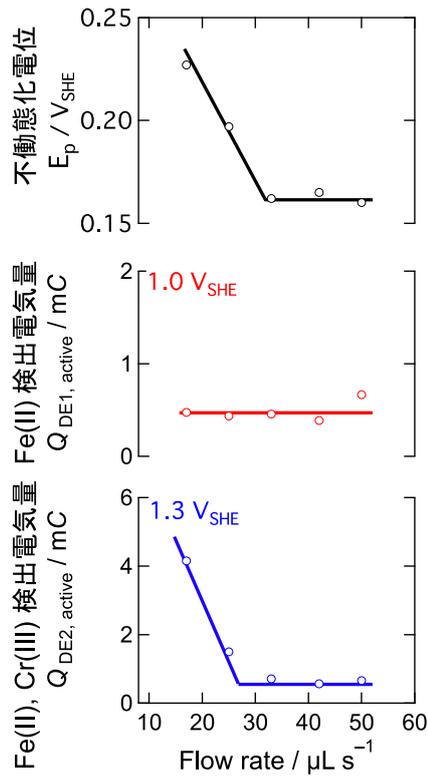


図 3-2.6.2-25 溶液フローセルを用いた Fe-6Cr の動電位分極中に測定された不働態化電位、活性溶解中に検出電極で流れた Fe(II) 検出電気量と Cr(III) 検出電気量の流速依存性。

[オンライン溶液分析技術の開発]

皮膜や腐食生成物として鉄鋼表面に残留する物質は、分光分析により比較的容易に解析可能である。一方、溶液中に移行し、散逸される元素、物質については

どうであろうか？これらに対しても定量的な解析を実施することでマスバランスに配慮した解析が可能となる。

溶液に移行した腐食生成物解析手法として、誘導結合プラズマ発光分光分析装置 (ICP-OES) に溶液フロー型電気化学セルを組み合わせたオンライン溶液分析技術の測定系の構築を進めた。この過程で、電気化学測定と OES の間に時間応答のズレが生じることが問題となった。また、OES は単体での検出下限が高く、微量元素について感度よく測定できないことも課題であった。これら課題について検討をすすめた。

[時間応答の誤差最小化]

まず、時間応答の問題を検討するため、流路内の物質拡散現象と電気化学セル中の電極表面から発生する物質を OES 検出するまでの時間差について理論と実験の両方から検討した。有限要素法による流体力学計算を取り入れ、検出量の時間積分値を比較することにより電気化学反応生成物を迅速に定量可能にする流路構造条件の最適化を実施した。

実験には、Cu の電流効率 100% を示すアノード分極挙動を利用し、電気化学セル内高さ、流路長、流量などの流路構造条件を変えて、実測および有限要素法による流体力学計算を実施し、OES により検出される物質量の時間依存性を求めた。得られた検出量の時間応答解析には積分法を用い、電気化学反応生成物を迅速に定量可能にする流路構造条件を最適化した (図 3-2.6.2-26)。

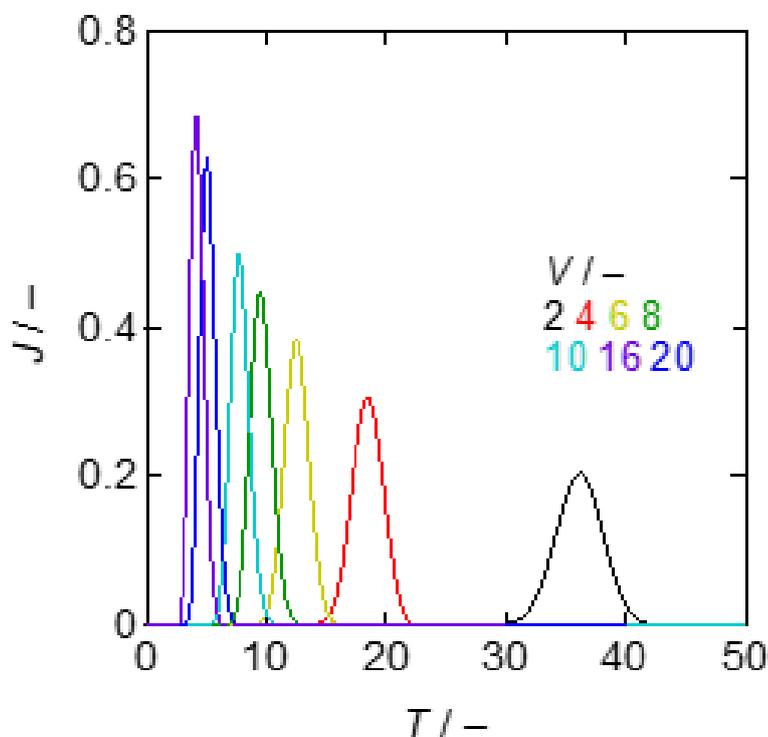


図 3-2.6.2-26 オンライン ICP-OES 装置系により得られる規格化検出信号 J の規格化時間 T 応答依存性。規格化流量 V を変えた。

[検出下限の問題]

従来、水溶液中の電気化学分析法の単独使用では、Al 溶解種の検出はできなかった。上述により最適化した流路構造条件を持つ電気化学セル・移送流路を利用したオンライン測定系を、pH3.3 硫酸ナトリウム水溶液中、3つの Fe-Al 材（純 Fe、Fe-6%Al、Fe-12%Al）の動電位アノード分極に適用した（図 3-2.6.2-27）。OES により検出された Fe および Al 種溶解速度の電極電位依存性は、電気化学的に測定された試料電流の電極電位依存性にほぼ対応し、Fe とともに添加した Al 種の溶解速度をオンライン定量することに初めて成功した。Fe-Al 材のアノード溶解電流は材料中 Al 添加濃度の増加により減少する傾向が見られたが、Al 添加濃度によらず Al の溶解とともに主成分である Fe の溶解も抑制されることを見出した。一方、活性態において、Al の溶解濃度には Al 添加濃度依存性が明瞭に見られない。Al 溶解速度の全溶解速度に対する比率 $r_{Al}/(r_{Al}+r_{Fe})$ は電極電位の貴化により減少したことから、Al 添加により活性溶解反応生成物の一部が材料表面上に滞留しやすくなり、後続の溶解反応の妨げ、すなわち物質輸送の制限に寄与することが示唆された（図 3-2.6.2-28）。この Al 成分の表面濃化はオンライン実験後に取り出した試料表面のオージェ電子分光分析(AES)においても、表面酸化物中の Al 濃化として確認された（図 3-2.6.2-29）。本研究で開発したオンライン測定系は Al のような難電気化学検出元素含有鋼材中の腐食環境その場測定法として優れることが実証された。

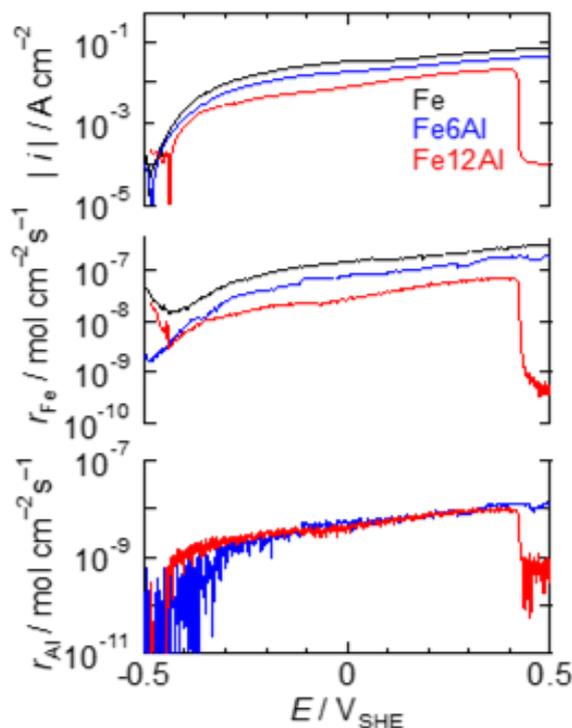


図 3-2.6.2-27 オンライン ICP-OES 装置系により得られる動電位アノード分極曲線（上）と Fe 種溶出速度（中）および Al 種溶出速度（下）の電極電位依存性

得られた測定系を硫酸ナトリウム水溶液中 Fe-Al 材の動電位アノード分極測定に適用し、合金中 Al 種の溶解挙動から本鋼材の耐食性に与える影響について評価した。

さらに、ICP-OES 溶液分析装置の機能向上のため超音波ネブライザーを導入した。当該装置は溶媒の霧化ユニットに超音波振動子（標準装備の気液混合タイプネブライザーよりも霧化能力が高い）および脱溶媒装置を備えることにより、従来まで検出不可だった微量添加成分の検出精度を向上させることに成功した。これにより硫酸ナトリウム水溶液中 Fe-Si 材のアノード分極測定において溶解する Si 種の定量評価も可能となった。

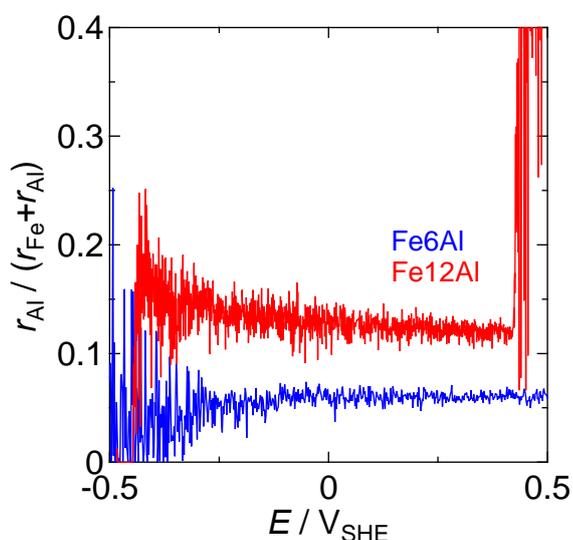


図 3-2.6.2-28 Al 溶出速度割合の電極電位依存性。添加濃度にほぼ依存するが、Fe-12%Al では電位の貴化により減少する傾向が見られる。

ICP-OES 溶液分析装置の検出下限値の向上するため超音波ネブライザーを導入した。

当該装置は標準装備（気液混合タイプ）のネブライザーよりも霧化能力の高い超音波振動子と脱溶媒機能を備えることにより、試料溶液の検出効率を最大一桁程度（メーカーカタログ値）向上させる能力を有する。ICP-OES 装置への超音波ネブライザーの導入により試料溶液移動流路は長くなり、濃度検出の迅速性は損なわれたが、検出下限が確かに下がり高感度化することが確認された。例えば、Si については 0.01ppm の検出感度が示され、従来の標準型に比べて超音波ネブライザー使用時 1/5.3 の微量まで検出できることがわかった。

超音波ネブライザーの有効性が確認された。今後、電気化学セルと組み合わせ測定最適化をすすめることで、さらなる感度向上が実現できる見込みを得た。

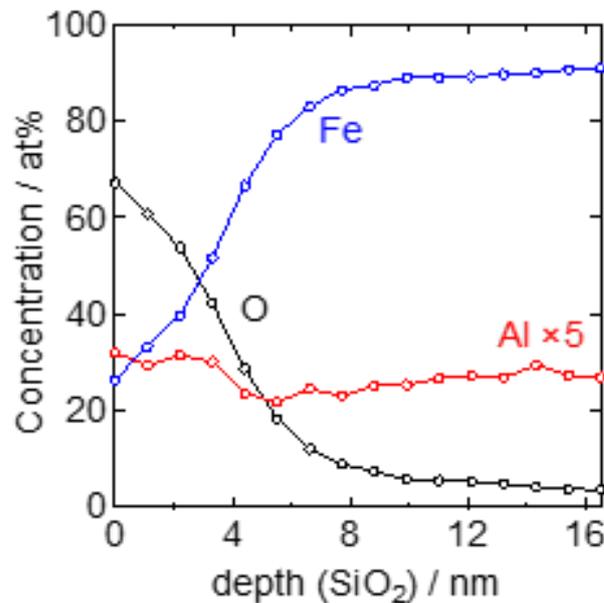


図 3-2.6.2-29 0.2V_{SHE}にてアノード分極した Fe-6%Al 表面 AES 深さ分析結果。酸化物中に Al が存在することがわかる。

(2)-9 革新鋼材中固溶軽元素の耐食性発現機構の解明（東北大）

[第一原理計算による固溶軽元素の耐食性発現機構の解明]

[背景]

窒素(N)、炭素(C)、ホウ素(B)などの軽元素は、鋼材の機械的性質を改良する際の代表的な添加元素である。これらは、少量の添加であっても強度や延性が大きく変化するため、鋼にとって非常に有益な元素である。また、窒化や浸炭などの表面改質法を利用すると、容易にしかも多量に添加できるという利点もある。しかし、鋼の耐食性における軽元素の役割には不明な点も多い。特に、軽元素は鋼が腐食する際に、NO₂⁻、CO₃²⁻、BO₃³⁻などのオキシアニオンとして溶解することが多く、高い防食作用を発揮すると考えられている。しかし、その作用を系統的に解析した研究論文は見あたらない。また、軽元素と鉄(Fe)の電気陰性度には大きな差がある。このため、軽元素の添加により Fe の電子状態が大きく変化することが予想される。しかし、Fe の電子状態と鋼材の溶解速度とを結びつけて解析した研究論文も見あたらない。そこで、Fe-N、Fe-C、Fe-B 合金を作製し、これらの溶解速度を調査し、オキシアニオンの防食効果と Fe の電子状態との関連性を解析した。

[実験方法]

[試験片]

試験片として、純 Fe 粉（粒径約 180μm）、Fe₄N 粉（粒径約 50μm）、黒鉛粉（粒径約 500μm）、FeB 粉（粒径約 100μm）を出発原料として、粉末冶金により Fe-0.3N、Fe-0.3C、Fe-0.3B および Fe-0.006B 合金を作製した（数字は mass%を示す、以下同

様)。所定の粉末を秤量・混合し、黒鉛製ダイとプレスの中に装填し、1173 K にて 10 min 間の放電プラズマ法による焼結を行った。なお、昇温は 8 min で行った。焼結後、Ar を満たし 1323 K に加熱した炉内に、試験片を挿入し 3 min 経過後に水冷した。焼結体の大きさは、直径 15 mm、厚さ 5 mm とした。比較のため、純 Fe 粉末のみの焼結体も作製した。作製した焼結体の化学組成は、誘導結合プラズマ質量分析法により確認を行った。試験片は厚さ方向の中央で二分割し、分割面をダイヤモンドペーストで鏡面研磨して電気化学計測などに使用した。

[溶液]

電解液には、pH 6.0 あるいは 8.0 に調整したホウ酸-ホウ酸塩緩衝溶液を使用した(以下、ホウ酸塩緩衝液と呼称する)。このホウ酸塩緩衝液は、0.15 M H_3BO_3 と 0.0375 M $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ を所定の pH になるように混合し作製した。また、鋼に添加された N、C、B から生成する化学種の効果を把握するため、 NaNO_3 、 NaHCO_3 、 H_3BO_3 を 100 mM 添加したホウ酸塩緩衝溶液も作製した。これらの化学種を添加した緩衝液の作製では、pH の再調整に、少量の 1 M NaOH を使用した。

[浸漬試験]

非脱気のホウ酸塩緩衝液(pH 6.0、8.0)を用いて浸漬試験を行った。温度は 298 K とし 12h 行った。溶液と露出させる試験面の大きさは、10mm×10mm として、側面および裏面は被覆を行った。

[マクロスケールの試験面での電気化学計測]

試験面の大きさを 10mm×10mm とするマクロスケールの電極で、静止溶液中での動電位分極曲線を計測した。以下、本報告書内での電位は SCE 基準での表示とする。動電位分極に先立ち、-1.2V で 600s 間のカソード処理を実施して、空気中生成皮膜を還元した。その後、アノード分極方向に動電位分極を行った。掃引速度は、 $3.8 \times 10^{-4} \text{ V s}^{-1}$ (23 mV min^{-1})とした。溶液が静止した条件に加え、回転電極を用いた動電位分極曲線の計測も行った。回転数は 200 rpm とした。動電位分極曲線は、いずれの場合も、脱気条件下において、289 K で計測した。

定電位分極を、ホウ酸塩緩衝液(pH 8.0)と、100 mM NaNO_3 を添加したホウ酸塩緩衝液(pH 8.0)を用いて、289 K で 15h 行った。保持電位は、0.5、0.0、および-0.5 V とした。保持電位が-0.5 V の場合のみ、カソード処理(-1.2V、600s)を実施した。

[マイクロスケールの試験面での電気化学計測]

試験面の大きさを $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ としたマイクロスケールの電極で、静止溶液中での動電位分極曲線を計測した。非脱気条件下において、289 K で行った。

[表面解析・観察]

Cu K α 線(Ni フィルター)を用いて、X 線回折(XRD)を行った。計測時のスキャンスピードは 1° min^{-1} とし、回折強度のデータは 0.02° ごとにとり得た。得られたデータはスムージングと K α_2 ピークの除去を行った。電界放射型走査電子顕微鏡(SEM)とエネルギー分散型 X 線解析装置(EDS)を使用し、試験片の表面観察と組成分析を行った。電子線の加速電圧は 20kV とした。なお、いずれの計測・分析も 298 K で行った。

[第一原理計算]

Vienna Ab-initio シミュレーションパッケージを使用し、密度汎関数理論に基づく第一原理計算を実施した。Projector augmented wave 法を使用することで、電子とイオンの相互作用を取り扱い、密度汎関数理論における交換と電子相関に関しては、Perdew-Burke-Ernzerhof による混成汎関数を使用した。本研究では、表 3-2.6.2-3 および表 3-2.6.2-4 に示すスーパーセル(supercell)を作成し計算を行った。なお、比較のため、C を含まない bcc Fe (純 Fe)についても計算を行った。

表 3-2.6.2-3 Conditions of first-principles calculations for Fe-interstitial N, C, and B systems.

System	Supercell	Number of Fe atoms	Concentration of N, C, B [at.%]	Concentration of N, C, B [mass%]	k-points
Fe-N	2 × 2 × 2	16	5.88	1.54	7 × 7 × 7
	3 × 3 × 3	54	1.82	0.46	6 × 6 × 6
	5 × 5 × 5	250	0.40	0.10	4 × 4 × 4
Fe-C	2 × 2 × 2	16	5.88	1.33	7 × 7 × 7
	3 × 3 × 3	54	1.82	0.40	6 × 6 × 6
	5 × 5 × 5	250	0.40	0.09	4 × 4 × 4
Fe-B	2 × 2 × 2	16	5.88	1.20	7 × 7 × 7
	3 × 3 × 3	54	1.82	0.36	6 × 6 × 6
	5 × 5 × 5	250	0.40	0.08	4 × 4 × 4

表 3-2.6.2-4 Conditions of first-principles calculations for Fe-substitutional B systems.

System	Supercell	Number of Fe atoms	Concentration of B [at.%]	Concentration of B [mass%]	k-points
Fe-B	2 × 2 × 2	15	6.25	1.27	7 × 7 × 7
	3 × 3 × 3	53	1.85	0.36	6 × 6 × 6
	5 × 5 × 5	249	0.40	0.08	4 × 4 × 4

[実験結果と考察]

[試験片のマイクロ組織]

試験片のマイクロ組織（エッチング：ナイトール）を光学顕微鏡で観察した（図 3-2.6.2-30）。純 Fe の表面は凹凸が少なく平坦であった。これに対し、Fe-0.3N と Fe-0.3C にはラスマルテンサイトのエッチング組織の特徴である凹凸が見られた。すべての試験片は、1323K でオーステナイト化した後に水冷を行っている。このため、Fe-0.3N と Fe-0.3C における N と C は、すべて固溶しているものと推定される。これに対し、Fe-0.3B のマイクロ組織には、黒い凹みが観察された。この凹みの部分の SEM 観察と EDS マップ分析を行った結果、黒い凹みは粒界に存在しており、凹みの部分から B が検出された。これらのことから、この黒い凹みは、粒界に析出した Fe₂B など

のホウ化物が、エッチングや表面研磨などの際に溶解して生じたものと判断される。これに対して、Fe-0.006B には明瞭な凹みは見受けられなかった(図 3-2.6.2-30i, j)。Fe-0.006B に添加した B は、その大部分が固溶しているものと判断される。

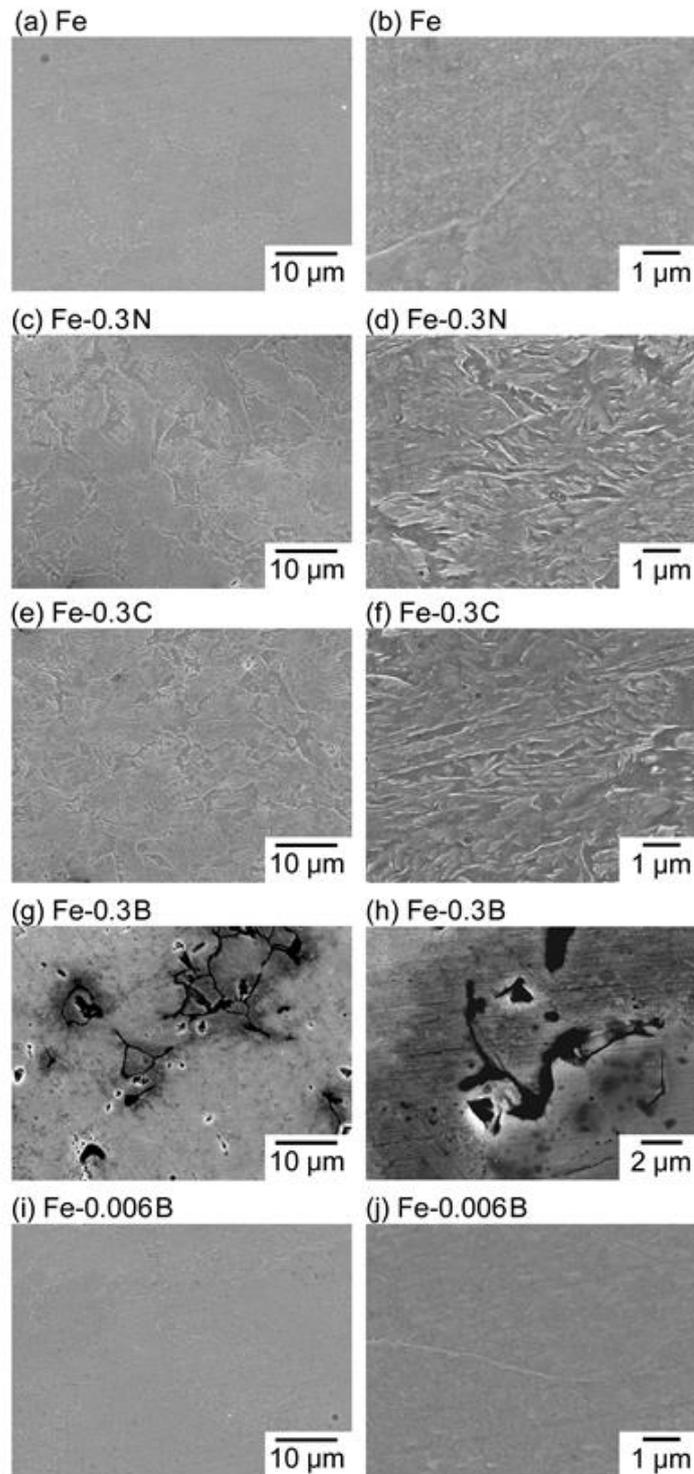


図 3-2.6.2-30 (a, c, e, g, i) Low and (b, d, f, h, j) high magnification SEM images of specimens etched in 3 vol.% nital: (a-b) Fe, (c-d) Fe-0.3N, (e-f) Fe-0.3C, (g-h) Fe-0.3E and (i-j) Fe-0.006B.

[ホウ酸塩緩衝液中での腐食形態]

浸漬試験を行い、試験片の耐食性と腐食形態を調査した（図 3-2.6.2-30、31）。pH 8.0 のホウ酸塩緩衝液（12h）の場合、いずれの試験片でも全面が腐食により褐色に変色した。変色は純 Fe、Fe-0.3B と Fe-0.006B で比較的顕著であり、Fe-0.3N と Fe-0.3C では比較的軽微であった。特に、Fe-0.3B と Fe-0.006B では、粒界に沿って局所的な侵食が生じることが分かった。これら Fe のホウ化物に起因する局部腐食であると思われる。

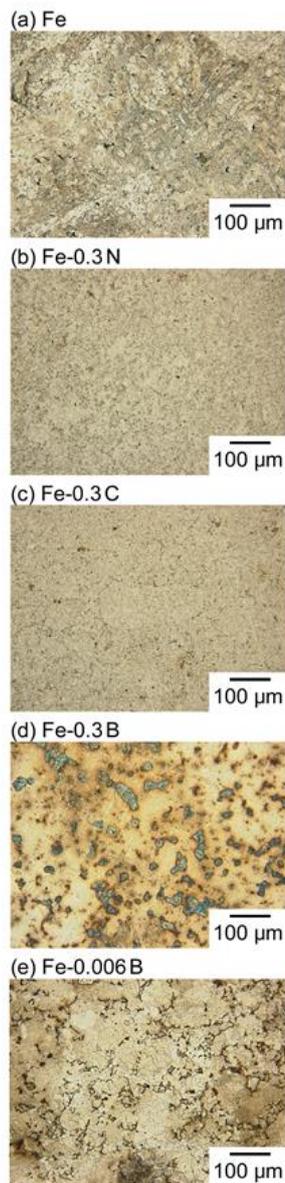


図 3-2.6.2-31 Optical microscopy images of (a) Fe, (b) Fe-0.3N, (c) Fe-0.3C, (d) Fe-0.3B, and (e) Fe-0.006B after immersion in boric-borate buffer solution at pH 8.0 for 12 h.

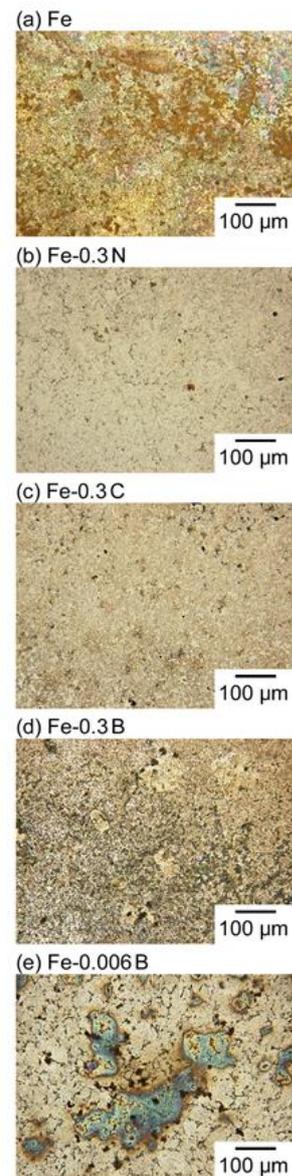


図 3-2.6.2-32 Optical microscopy images of (a) Fe, (b) Fe-0.3N, (c) Fe-0.3C, (d) Fe-0.3B, and (e) Fe-0.006B after immersion in boric-borate buffer solution at pH 6.0 for 12 h.

pH 6.0 のホウ酸塩緩衝液 (12h) の場合にも、すべての試験片に全面的な変色 (腐食) が生じた。この場合も、変色は純 Fe、Fe-0.3B と Fe-0.006B では比較的顕著であり、Fe-0.3N と Fe-0.3C では比較的軽微であった。特に、Fe-0.006B では、粒界に沿って顕著な変色 (腐食) が生じた。以上より、N と C はホウ酸塩緩衝液中での Fe の耐食性を向上させるが、B は局部腐食を引き起こす可能性があることが分かった。

[動電位分極挙動]

鋼の耐食性に及ぼす軽元素の影響を電気化学的に把握するため、マクロスケールの試験面を使用して、pH 8.0 のホウ酸塩緩衝溶液中で動電位分極曲線を測定した (図 3-2.6.2-33)。分極曲線には、-0.8 から -0.3 V の範囲に、活性溶解による電流増加 (活性態) が見られた。Fe-0.3B を除き、活性態よりも高い電位では不働態化が生じた。活性溶解のピーク電流密度は、(高) Fe > Fe-0.006B ≈ Fe-0.3B > Fe-0.3N ≈ Fe-0.3C (低) の序列になった。活性態でのピーク電流密度は、鋼のアノード溶解の速度と不働態化の能力のバランスで決まるものであり、N と C は、Fe の耐食性を高める効果があることが明らかになった。さらに、不働態域での電流密度を比較すると、(高) Fe > Fe-0.006B > Fe-0.3C > Fe-0.3N (低) であった。不働態域においても、N と C は鋼の溶解を防止する作用があるものと思われる。Fe-0.006B では、不働態化域において小刻みな電流振動が見られた。これはホウ化物を起点とした再不働態化性の孔食発生によるものと思われる。Fe-0.3B では、不働態化が起こらなかった。この原因も、ホウ化物を起点とした孔食によるものと推察される。

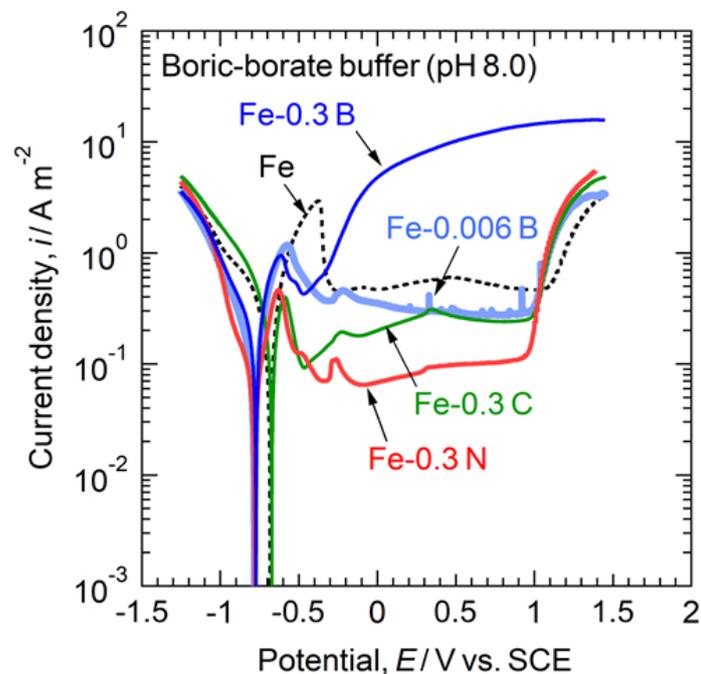
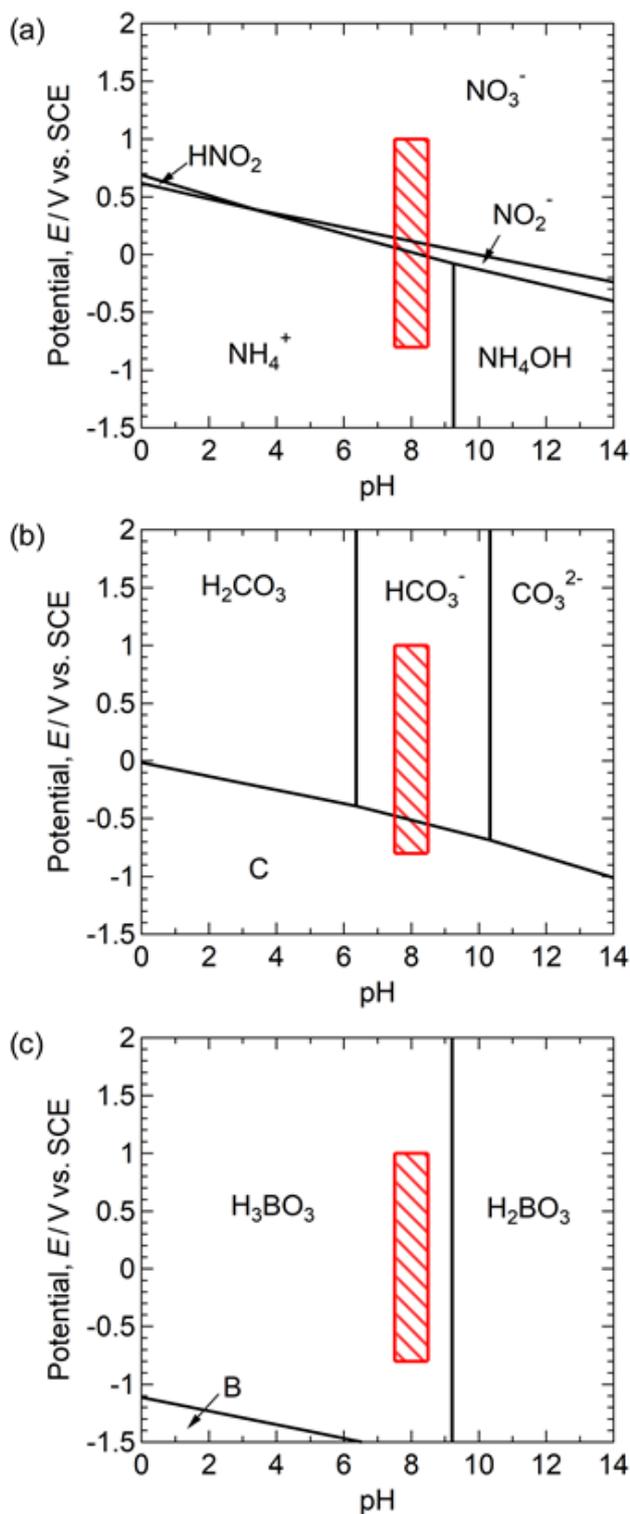


図 3-2.6.2-33 Macro-scale potentiodynamic polarization curves in boric-borate buffer solution at pH 8.0.

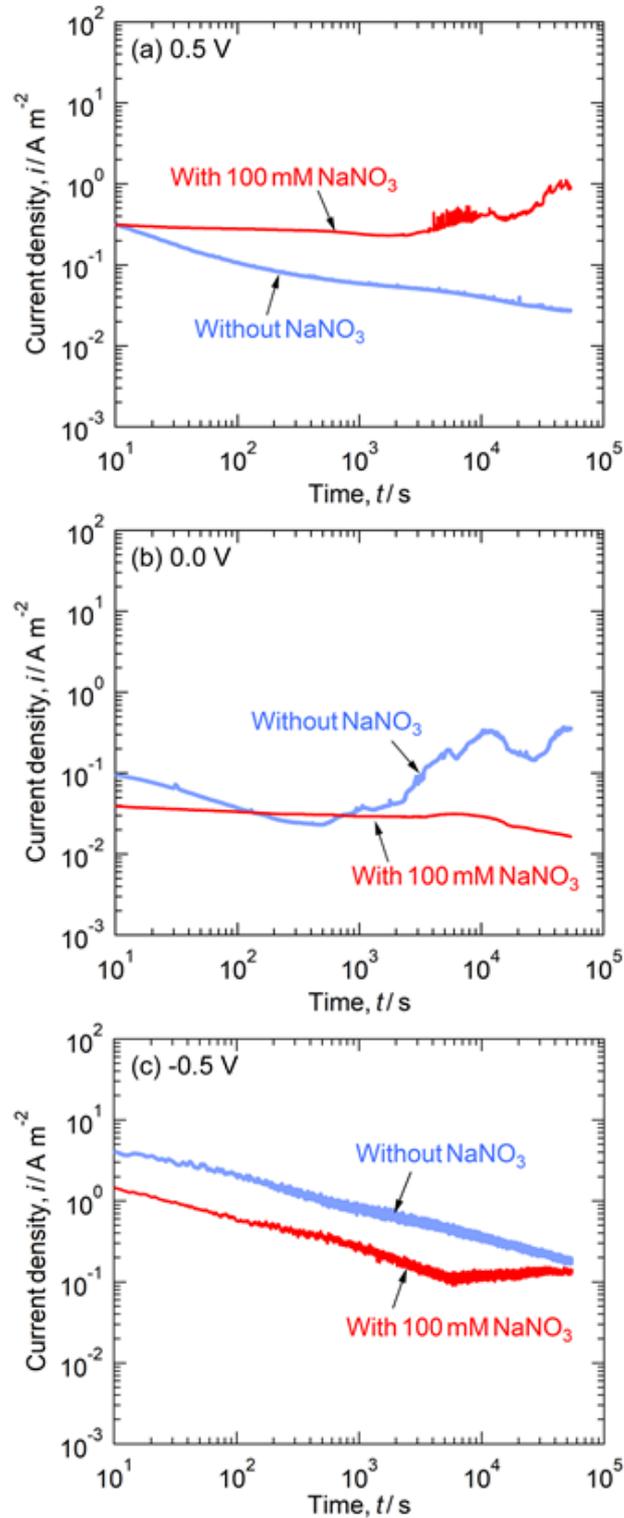
[溶解化学種による防食作用]

N、C、B から生成する溶解化学種を推定するため、電位 - pH 図を作成した (図 3-2.6.2-

34)。その結果、N の場合には、電位に依存して、 NH_4^+ 、 NO_2^- 、 NO_3^- のいずれかが生成することが分かった。また、C の場合には HCO_3^- が、B の場合には H_3BO_3 が、鋼の溶解に伴い生成するものと推察された。そこで、ホウ酸塩緩衝液に NaNO_3 、 NaHCO_3 、 H_3BO_3 を 100 mM 添加し、pH を 8.0 に調整した溶液中で、純 Fe のアノード分極を計測した。そして、これらの化学種が無添加の場合との比較を行った(図 3-2.6.2-35)。その結果、 NaNO_3 は純 Fe の活性溶解と不働態溶解を共に抑制することが分かった。 NaHCO_3 と H_3BO_3 の場合には、主に不働態溶解を抑制することが分かった。



3-2.6.2-34 Potential-pH diagrams for the (a) N-H₂O, (b) C-H₂O, and (c) B-H₂O systems at 298 K. The concentrations of soluble species are 1.0 mol kg⁻¹. During the macro-scale polarization measurements, anodic currents were observed in the potential region from -0.8 to 1 V, and this potential region is indicated by the slashed rectangles.



⊠ 3-2.6.2-35 Effect of NaNO_3 on the changes in current densities with time for pure Fe by macro-scale potentiostatic polarization at (a) 0.5 V, (b) 0.0 V, and (c) -0.5 V in boric-borate buffer solution at pH 8.0.

[N、C、B 添加による金属 Fe の電子状態の変化]

第一原理計算を用いて、N、C、B 添加による金属 Fe の電子状態の変化を解析した。計算に使用した supercell においては、添加元素を bct 構造の八面体位置に配置して計算を行った(図 3-2.6.2-36a)。なお、B に関しては置換型の固溶の可能性もあるため、B を Fe と置換した場合についても計算を行った。

第一原理計算により、電子状態密度(electronic density of state: DOS)に及ぼす添加元素の種類と添加量の影響を解析した。その結果(図 3-2.6.2-37)、N、C、B のいずれにおいても、これらの元素を添加すると、フェルミ準位近傍の電子占有状態の減少が生じることが明らかになった。B 添加の効果はやや不明瞭であるが、N と C では、フェルミ準位近傍の電子占有状態の減少が生じる。Fe→ Fe²⁺+2e⁻などの酸化還元反応に参与する電子は、フェルミ準位近傍に存在するものであり、状態密度の低下は電気化学反応の速度の低下をもたらすものと推定される。

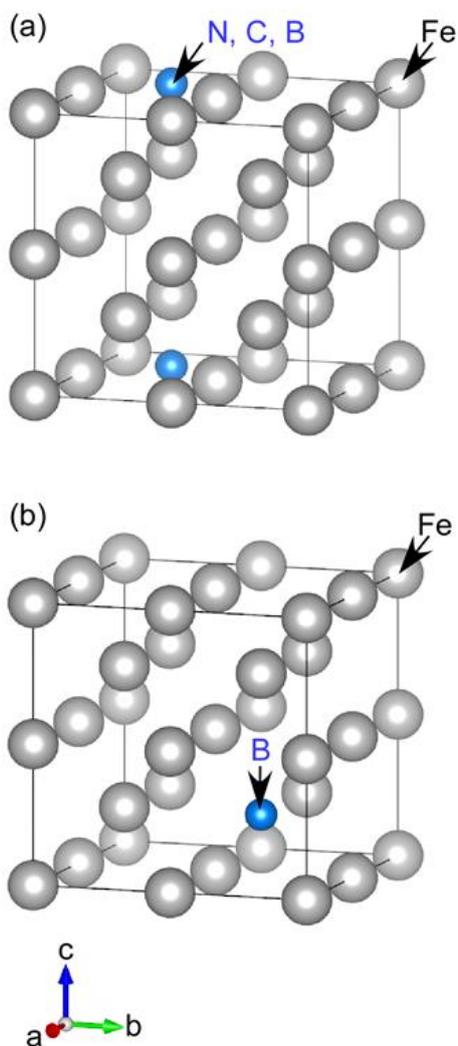


図 3-2.6.2-36 2 × 2 × 2 supercells of bct Fe with (a) one interstitial element and (b) one substitutional element.

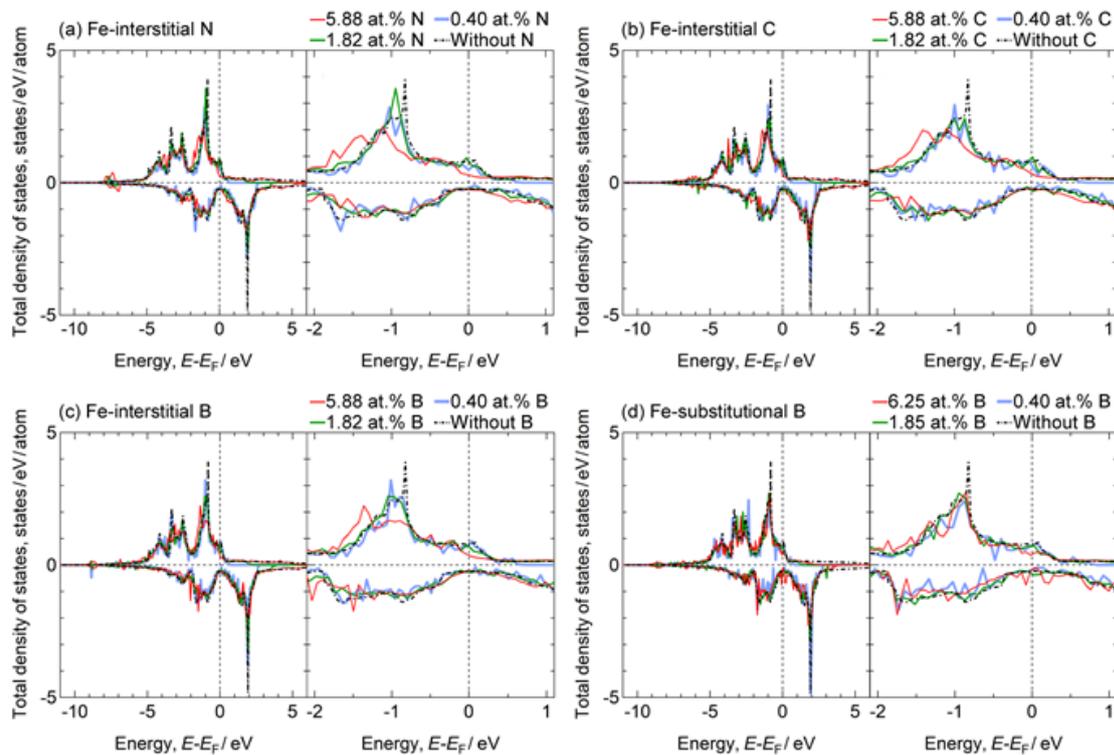


図 3-2.6.2-37 Total electronic density of states (DOS) of (a) Fe-interstitial N, (b) Fe-interstitial C, (c) Fe-interstitial B, and (d) Fe-substitutional B systems. The DOS of pure Fe system is also presented.

[結論]

鉄鋼に対する侵入型固溶元素による耐食性向上の可能性およびその評価手法を検討した。結果、以下が明らかとなった。

- (1) 放電プラズマ焼結法を使用して、純 Fe、Fe-0.3N、Fe-0.3C、Fe-0.3B、Fe-0.006B (数字:mass%) を作製した。N と C は全量をマルテンサイト相に固溶させることができたが、B は一部がホウ化物として析出していた。
- (2) 純 Fe および各合金の浸漬試験と動電位アノード分極試験の結果から、Fe に合金化された固溶状態の N と C には、Fe の活性溶解と不働態溶解を抑制する効果があることが分かった。
- (3) pH 8.0 のホウ酸塩緩衝液中に添加された NaNO_3 は、動電位分極では活性溶解と不働態溶解を抑制した。特に、長時間の定電位分極から、 NO_2^- や NH_4^+ の安定域に対応する低電位域において、より効果的に Fe の溶解を抑制することが分かった。
- (4) pH 8.0 のホウ酸塩緩衝液中に NaHCO_3 あるいは H_3BO_3 を添加した場合、主に Fe の不働態溶解が抑制されることが分かった。
- (5) 第一原理計算の結果、N、C、B のいずれを添加した場合においても、Fe のフェルミ準位近傍の電子占有状態の減少が生じる。特に、N と C でその傾向が顕著であり、添加量と共に、電子占有状態の減少の程度も顕著になることが分かった。

(2)-10 革新鋼材の金型成形性向上のための表面作りこみ検討

[背景]

革新鋼材社会実装にむけた議論を加速する中で、製造性、製造コストは大きな問題となっている。数多くのプロセスがある中で、主に材料供給メーカ以外が実施することになるプレス成型性について従来鋼材並みの特性を担保しておく必要があると考えられた。そこで、プレス加工時のコスト要因となる金型摩耗の減少のため、本項目では、鋼材表面の摺動特性の評価方法および摺動性向上のための技術開発を行った。

革新鋼材の高度な材料特性は、材料メーカー製造プロセスの中で実現されていることから、その材料特性を最大限生かすためには、材料出荷後に組織に影響を及ぼす高温加熱は避ける必要があり、プレス加工など後工程では、室温近傍での加工が理想とされる。よって本検討でも、室温近傍での評価、特性改善を目指した。具体的には、室温近傍では元素の拡散や変態といったバルク特性の変調を利用することは難しく、表面での酸化などを活用した特性改善を狙う必要がある。一方、潤滑特性改善のために用いられる潤滑油下では低酸素分圧環境であることが想定され、必ずしも鋼材の潤滑環境としては好ましいとは言えない。本検討では、想定される低酸素分圧環境下での摺動特性評価のための雰囲気制御摺動特性評価技術の開発をすすめてきた。本手法をいくつかの鋼材に適用した。

[試料と実験方法]

革新鋼材の材料特性制御のための添加元素、a、b、c、dに注目した革新鋼材模擬鋼材を作製した。本テーマで開発したのトライボ特性評価装置を用い、摺動試験を行った。実験環境は、ベースの真空を、 1×10^{-6} mbar 以下の超高真空として、酸素分圧を制御しながら摺動特性を評価した。

摺動試験時、鋼材と接触する部材には、直径 10mm の SUJ2 ボールを用いた。荷重は、5 Nとし、1 度/s の回転運動での往復摺動試験を行い、その摩擦係数を評価した。

[結果]

革新鋼材を構成する元素のうち a、b、c、dに注目し、その添加量、組み合わせを変化させながら、摺動特性の評価をすすめた。結果を図 3-2.6.2-38 に示す。図 3-2.6.2-38 より、検討した元素のうち、c と d には、低酸素分圧下での鋼の摺動特性に対して、良好な作用を示したことが指摘できる。d 単独添加で最も良好な摺動特性を示し、さらに c 元素の複合添加でも大きく摺動特性が損なわれることはなかった。一方、a、b 元素を添加された鋼材では、いずれも摺動回数 40 回までには、摩擦係数 1 を超えた。a、b 元素が添加された鋼に c 添加、b 添加鋼に対する c、d 元素の添加も大きな改善効果を得ることはできておらず、a、b 元素は、鋼の摺動特性を劣化させる可能性が高いと判断された。

以上より、本知見を活用することで、革新鋼板の摺動特性確保のためには、a、b 添加の抑制、d 元素添加は必須、c は摺動特性に悪影響を与えないことから、添加可能元素と仕分けることができると考えられる。今後、これら成分を考慮した上での材料

機械特性の確保が重要となる。一方、これら元素の存在状態、摺動特性への作用機構については不明な点が多く、さらなる解明研究をすすめる。

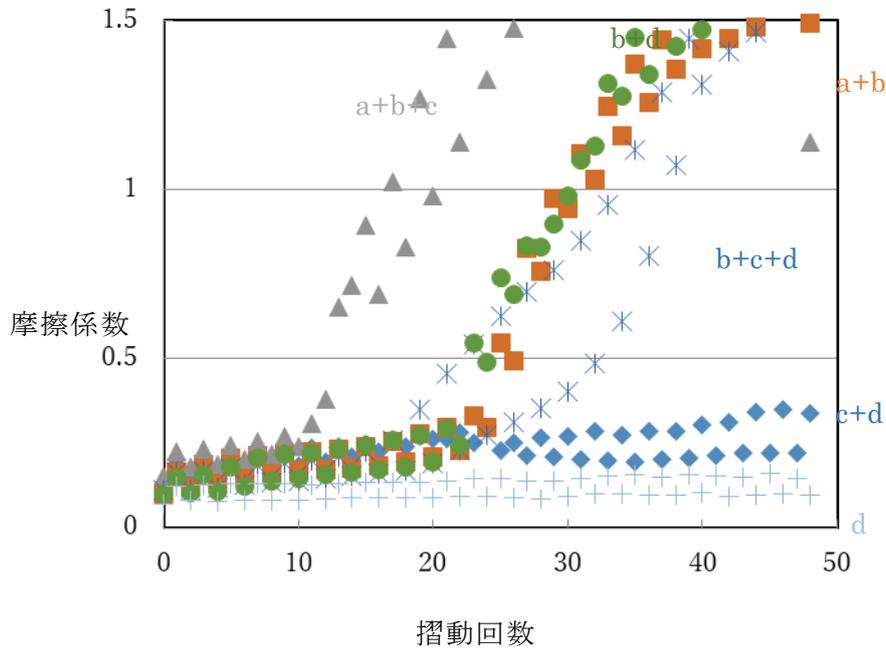


図 3-2.6.2-38 革新鋼材添加元素の摺動性に及ぼす効果検証結果。

[結論]

革新鋼材の社会実装時に必要とされるプレス摺動性について、環境中での酸化作用による摺動特性の改善を狙い、添加元素の作用を検討した。結果、以下が明らかとなった。

- (1) 中炭素鋼において、いくつかの添加元素効果を検討した結果、d が良好な特性を示した。
- (2) a、b は摺動特性に悪影響を与えた。c は、d 元素添加で向上した摺動特性に悪影響をあたえない。
- (3) a、b、c、d の存在状態調査を進め、作用機構を解明し、革新鋼材の材料設計技術の向上のための基礎データとする。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.6.2-5 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2014FY	0	0	2	0	0	0	0	0	1
2015FY	2	0	1	0	0	0	0	0	1
2016FY	2	0	0	0	0	0	0	1	1
2017FY	1	0	7	0	0	0	0	0	2
2018FY	1	0	4	0	0	0	0	0	1
2019FY	2	0	9	0	0	0	0	4	1
2020FY	4	0	10	0	0	0	0	1	1
2021FY	1	0	2	0	0	0	0	1	1
2022FY	2	0	3	0	0	0	0	1	1
合計	15	0	38	0	0	0	0	8	10

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.6.2-6 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2014FY	2	0	0
2022FY	0	0	0
合計	2	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.6.2.3 参考文献

なし

2.6.3 [テーマ番号 2 4] 炭素活用による革新的加工性を有する超高強度鋼板の開発 (2013 年度～2017 年度)

2.6.3.1 テーマの概要

(1)背景と目的

自動車や輸送機器の軽量化を目的としたハイテンの適用拡大には、強度のみならず加工性（伸び特性）も抜本的に向上させる必要がある。本テーマでは、加工熱処理による基礎素材特性の極限追求をコンセプトに、複相組織鋼板におけるマイクロ組織微細化、炭素を活用した微細且つ安定な残留オーステナイトの確保、さらには焼鈍熱処理時の γ 粒径微細化といった冶金的制御因子の機械的特性に及ぼす影響を明確化することを通し、従来延長線上で見込まれる特性を大幅に上回る高強度・高延性鋼板の組織制御・製造プロセス指針を構築することを目的とする。

(2)目標値

表 3-2.6.3-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第 1 中間目標 (2015 年度末)	第 2 中間目標 (2017 年度末)	最終目標 (2017 年度末)
鋼板開発	引張強さ (TS) \geq 1.2GPa、伸び (El) \geq 20% (TS \times El \geq 24,000)	TS \geq 1.2GPa、El \geq 25% (TS \times El \geq 30,000)	TS \geq 1.5GPa、El \geq 20% (TS \times El \geq 30,000) (2015 年度末に 2022 年度末目標を 5 年前倒 しし、2017 年度末目標 とした)
解析・評価手法開発	炭素の分析下限が 30ppm (点分析)	炭素の分析下限が 20ppm (点分析)	炭素の分析下限が 10ppm (点分析)

(3)全体計画

①高強度高延性中高炭素鋼の開発

自動車や輸送機器の軽量化を目的としたハイテンの適用拡大には、強度だけでなく加工性（伸び特性）も抜本的に向上させていく必要がある。本テーマでは、加工熱処理による基礎素材特性の極限追求をコンセプトに、複相組織鋼板において従来の延長線上で見込まれる値を大きく超える伸びを実現する。具体的なアプローチは、強度を担うマルテンサイトやベイナイトといった硬質相の超微細化による鋼の生地そのものの高延性化と、加工により変態して延性を高める残留オーステナイトの微細分散による伸びの向上である。従来は、ベイナイトの微細化技術が不十分であり、かつ残留オーステナイトによる高い延性を安定的に実現することができなかった。ここでは、これまであまり注目されてこなかったベイナイトやマルテンサイトの微細化を積極的に行うことで安定なオーステナイトを多量に残存させることによって、革新的な伸びの向上を目指す。2014 年度は、現実的な加工熱処理プロセスを前提に、第一中間目標特性（自主目標）である引張強さ 1.2GPa で伸び 20%を達成する加工熱処理法を 1 年前倒しで確立した。2015 年度は、さらに技術を発展させて、第二中間目標特性（自主目標）である引張強さ 1.2GPa で伸び 25%を有する鋼板を 2 年前倒しで開発した。本

結果を受けて、2015 年度末に、最終目標特性（PJ 公募目標）達成を 5 年前倒しし、2017 年度末での達成を目指すこととした。

②中高炭素鋼の解析・評価手法の開発

本プロジェクトでは、延性が従来の延長線上にない革新的なハイテンを開発するテーマとして、中高炭素鋼の開発を行った。この中高炭素鋼は従来の解析ツールでは解明できない微細組織を有することから、分析技術も同時に開発する必要がある。特に、微細構造と炭素の分配挙動の関係を解析する手法の開発が重要である。

この課題について、各種製造プロセスによる中高炭素鋼板開発を促進する革新的な解析技術として、電子線等を用いた中高炭素鋼中の炭素の分配状態を解析する炭素分配アナライザーを 2013 年度に導入した。この技術は、当時、点分析でも 0.1%を若干下回る程度に留まっていた炭素の定量下限を、二次元分布評価の場合でも 100ppm 未満に維持できる世界初の炭素分析を実現させるものである。2014 年度は、試料前処理方法の検討を含めた炭素濃度分布評価手法の高度化を図り、点分析での炭素定量下限 30ppm を目指すと共に、素材開発への応用展開を行った。2015 年度は炭素定量下限 20ppm を当初予定の 2017 年度から 2 年前倒しで達成した。本結果を受けて、2015 年度末に、最終目標達成（炭素定量下限 10ppm）を 5 年前倒しし、2017 年度末での達成を目指すこととした。さらに、2016～17 年度は、複相組織の三次元解析や高速定量解析技術も開発し、素材開発のための解析基盤強化を目指した。

また、これらの電子ビーム利用技術と並行して、初年度から、大学に委託して鋼材の微細組織評価のための中性子利用技術を探索し、小角散乱による微細析出物の定量評価技術および水素トラップ過程の観察技術の確立を目指した。この研究課題は協調領域として、各社および研究機関が協力して推進することとし、2015年度よりテーマ44、2017年度よりテーマ52に移行して実施した。

(4)実施体制

本テーマは千葉分室（JFE スチール株式会社）が 5 再委託先と共に実施した。

(5)運営管理

実務者進捗会議を 1 ヶ月に 1 回、運営会議を 3 ヶ月毎に開催。また、再委託先との進捗会議を 3 ヶ月毎に開催。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030 年度）

自動車の燃費向上によりエネルギー消費量と CO₂ 排出量が大幅に削減され、鋼板全体で、プロジェクト全体の 2030 年における CO₂ 削減期待効果のおよそ 3 割に相当する CO₂ 削減への寄与が期待される。

2.6.3.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.6.3-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (2017年度末)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
鋼板開発	TS \geq 1.5GPa、El \geq 20% (TS \times El \geq 30,000)	TS \geq 1.5GPa El \approx 23%	◎	
解析・評価手法開発	炭素の分析下限が10ppm (点分析)	炭素の分析下限 9ppm (点分析)	◎	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

注) 最終目標達成を5年間前倒し、2017年度末達成とした。

(2)研究開発の成果と意義

1) 高強度高延性中高炭素鋼の開発

自動車や輸送機器の軽量化を目的としたハイテンの適用拡大には、強度だけではなく加工性（伸び特性）も抜本的に向上させていく必要がある。本テーマでは、従来よりも炭素を積極的に添加した鋼の加工熱処理による基礎素材特性の極限追求をコンセプトに、複相組織鋼板において従来の延長線上で見込まれる値を大きく超える伸びを実現する。具体的なアプローチは、強度を担うマルテンサイトやベイナイトといった硬質相の超微細化による鋼の生地そのもの高延性化と、加工により変態して延性を高める残留オーステナイト相の微細分散による伸びの向上である。従来は、ベイナイトの微細化技術が不十分であり、かつ残留オーステナイトによる高い延性を安定的に実現することができなかった。ここでは、これまであまり注目されてこなかったベイナイトやマルテンサイトの微細化を積極的に行うことで安定なオーステナイトを多量に残存させることによって、革新的な伸びの向上を目指した。

本研究では、組織単位としてベイナイトやマルテンサイトのブロック構造に着目することで、従来の結晶粒単位に比較して実質的に組織の微細化を実現することを基本方針とした。一般的に中高炭素鋼のベイナイトやマルテンサイトは、おおよそ数十 μm 程度のサイズの結晶粒（旧オーステナイト粒）の内部に数 μm のサイズでパケット構造を有し、さらにパケットの内部に1 μm 程度のサイズでブロック構造を有するか、これに類似した組織形態を呈している。ブロックの内部はさらに微細なラス構造を有している。この中で旧オーステナイト粒のみでなく、パケットやブロック構造も境界の方位差が大きく、大角粒界により区分されている。したがって、ブロック構造を結晶粒単位として制御することで微細化による機械的特性向上の効果を享受することが期待される。すなわち、ブロック境界に残留オーステナイトを形成せしめることにより、硬質相の微細化と残留オーステナイトの均一、微細分散を具現化し、このような形態およびサイズの残留オーステナイトが機械的性質、特に延性の向上に及ぼす効果を検証することを研究目的とした。

2013 年度には、1.2GPa 級の高延性高強度鋼板の開発を目的として、ベイナイトを主相とした新微細粒組織のための加工熱処理方法を立案した。汎用鋼程度の低炭素低合金鋼に対して、複合化した加工熱処理を実施することにより、従来鋼板の機械的特性を凌駕し、1.2GPa 級の超高強度と 590MPa 級鋼に匹敵する延性を両立できる可能性が示唆された。そこで本基礎技術思想を更に発展することを基本方針として、中間目標特性を達成する加工熱処理法の探索を行った。アプローチとして、2014 年度は、中高炭素添加を前提に合金成分組成を適正に調整した上で複合化した加工熱処理を組合せた。さらに、2015 年度には、中高炭素添加鋼への加工熱処理条件の適正化を図り、1.2GPa 級の高延性高強度鋼板として理想的な複相組織形態に制御する手法を検討した。その結果、特殊な強加工プロセスを利用することなく、実機製造を想定した現実的な焼鈍プロセスによって、複相組織の主相であるベイナイトの組織サイズを数ミクロン程度に制御する手法を確立し、2013 年度の検討鋼に対して格段に微細化を達成した。さらに、加工熱処理過程のミクロ組織変化の核心である炭素の拡散挙動や分布の変化を、新たに開発した炭素分配アナライザを利用して厳密に解析することにより、ベイナイト主相中に安定度の高いサブミクロンサイズの残留オーステナイトを多量に分散させる手法を確立した。上記の手法を用いた研究室実験の結果、図 3-2.6.3-1 に示すとおり、2014 年度の開発鋼板では、プロジェクトの共通中間目標である引張強さ 1.2GPa 以上、伸び 15%以上を大幅に上回り、2015 年度第一中間目標（自主目標）である引張強さ 1.2GPa 以上と伸び 20%以上を、さらに 2015 年度の開発鋼板では、2017 年度第二中間目標（自主目標）である引張強さ 1.2GPa 以上と伸び 25%以上の両立を、当初計画より前倒しで達成した。さらに、2016 年度には、2015 年度までの超高延性 1.2GPa 級鋼開発技術を 1.5GPa 級鋼に展開し、化学成分、製造条件を適正化することで、引張強さ約 1.5GPa、伸び約 19%と、最終目標に近い特性が得られた。2017 年度は、焼鈍条件を最適化することで、最終目標の達成を目指した。熱処理条件を精緻にコントロールすることで、炭素の原子レベル制御とミクロ組織の微細制御を実現し、TS:約 1.5GPa、EL:約 23%と、同強度レベルの従来鋼のおよそ 3 倍の延性を有する鋼板を実験室で開発し、1.5GPa 級鋼の最終目標特性を達成した。本技術の活用により、現在、自動車用構造材料の主要部材に用いられている 590MPa 級鋼を、今回開発した 1.2~1.5GPa 級鋼に置き換えることにより、大幅な車体軽量化による燃費向上と衝突安全性の向上が期待できる。

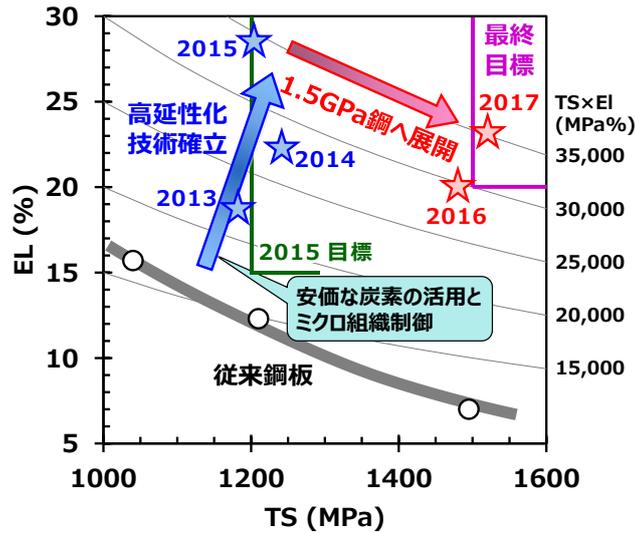


図 3-2.6.3-1 開発鋼の機械的特性

2) 中高炭素鋼の解析・評価手法の開発

本プロジェクトの中高炭素鋼は従来の解析ツールでは解明できない微細組織を有することから、分析技術も同時に開発する必要があった。特に、その詳細を学術的に解明するため、微細構造と炭素の分配挙動の関係を解析する手法の開発が重要である。

この課題について、各種製造プロセスによる中高炭素鋼板開発を促進する革新的な解析技術として、電子線等を用いた中高炭素鋼中の炭素の分配状態を解析する技術や、中性子を用いた熱処理や加工プロセスにおける鋼微細組織の変態挙動の動的解析技術等を開発した。初年度には、中高炭素鋼板の開発を促進する炭素分配アナライザを開発・設備化し、中炭素鋼中の組織形成に大きな影響を与える炭素を定量評価する基礎技術を確立した。

2).1 炭素分配アナライザの開発

本プロジェクトでは、革新鋼板開発のために必須である鋼板の組織に対応した炭素濃度を測定するために、プロジェクト初年度より測定の障害となる hidrocarbon に起因したコンタミネーションを大幅に低減させる特殊仕様を組み込んだ独自の微小領域炭素分析装置を製作した。

本装置における鋼板組織に対応したCを測定する手法は、非破壊で、かつ、分析面積を結晶粒経よりも小さくする必要がある。フィールドエミッション型の電子線マイクロアナライザ (FE-EPMA) は電子線を照射するため分析面積が小さく、非破壊分析で微小領域のC分析を行うのにもっとも適していると考えられる。そこで、FE-EPMAをベースとして、EPMAの炭素分析で問題となるカーボンコンタミネーションを低減・抑止する技術を開発した。

開発装置（Cアナライザー）のコンタミネーション削減技術概要を図3-2.6.3-2に示す。

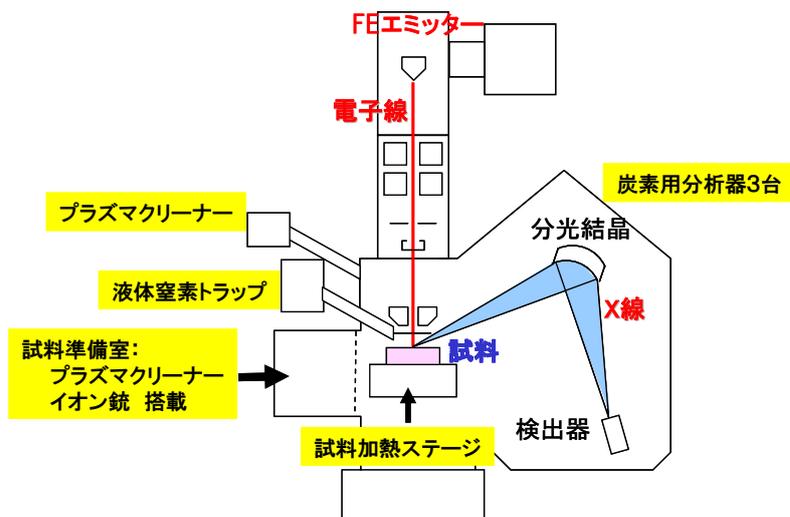


図 3-2.6.3-2 開発装置：Cアナライザのコンタミネーション低減技術概要

Cアナライザによる炭素濃度測定用の標準試料（C=0.089～0.460%）を用いて確立したコンタミネーション削減技術による測定条件にて N=16 回の繰り返し測定を行ったときの、それぞれの試料の標準偏差は約 0.01%、測定誤差は多くの試料で 0.002%以下であった。なお、これらの N=16 回の測定は照射電流量等の電子光学条件は同一であるが、試料の研磨は測定ごとに実施しているほか、測定日も複数日にまたがっており、試料調整におけるばらつきを加味してもなお、この測定精度を達成していることになる。

さらに、本装置を用いて鉄鋼材料測定の測定条件最適化による炭素定量精度の向上を図り、炭素量が 9ppm のオーステナイト単相鋼である Fe-Ni 合金を用いてポイント分析にて Cアナライザで炭素濃度を測定したところ、9ppm まで直線性のよい検量線を得た。これにより、本プロジェクト最終目標である定量下限 10ppm を達成した。

微小領域の炭素定量分析で10ppmを達成したのは世界初であり、本技術を鋼板開発における残留オーステナイト中への炭素分配挙動評価に活用した。

測定例としてDP鋼（Fe-0.15、0.20%/C-2%/Si-1.5%/Mn）を950℃でγ単相にした後、二相域の750℃で15s保持後水冷した試料のL断面を鏡面研磨し、CアナライザにてCの定量分析を実施した。結果を図3-2.6.3-3に示す。まず、いずれの試料も粒径の大きいγ粒の中心部分の炭素濃度はバルク濃度であるが、コンタミネーションの影響のほとんどないCアナライザでは、マッピング結果より0.15%/C鋼と0.20%/C鋼の0.05mass%というわずかなバルクの炭素濃度差は明確に測定可能である。また、炭素量の少ない0.15%/C鋼の方が、フェライト変態が進行し、粒径の小さいγにC濃化していることを明確にとらえることができることが明らかになった。

Cアナライザの測定結果は全面においてコンタミネーションが抑制されたマップとなっており、正確な炭素の2次元分布の可視化に世界で初めて成功した。

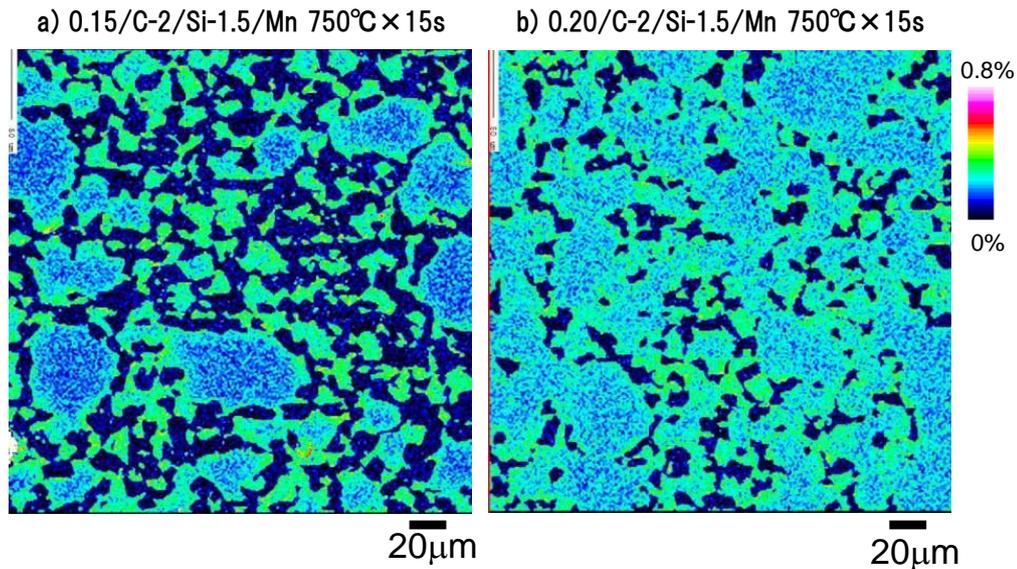


図 3-2.6.3-3 DP 鋼の 2 相域焼鈍後の C アナライザによる炭素定量マッピング測定結果

2).2 鋼組織の 3D 評価技術開発

2).2.1 パーライト鋼を用いた基礎検討

鋼板開発を行うにあたり、材料組織のうち γ 相の形態が非常に重要になる。そのために、前述のように γ 相、 α 相の C 分布の高精度な測定に加え、 γ 相の形態についての情報も重要である。従来から γ 相の形態については、走査電子顕微鏡(SEM)や透過電子顕微鏡(TEM)により評価してきた。しかし、今回の開発目標である高強度-高延性材の特性を達成するためには、 γ 相の形態や α 相の形態についても、二次元的な情報に加えて、三次元情報の取得が必要である。そのために、2013 年度から三次元マイクロ組織解析装置の仕様について検討を行い、2014 年度に導入を行った。装置は、SEM と集束イオンビーム(FIB)より構成され、FIB 加工で試料の断面組織を作製し、一断面の SEM 観察を行い、引き続き FIB 加工により新たな断面組織を作製し、連続して解析を続けることで三次元像を構築する。また、SEM による組織解析に加え、電子線後方散乱回折(EBSD)による観察機能を加えて、結晶組織情報の解析を行えるものとした。

FIB により作製した断面組織は、平滑なために従来の SEM 装置ではコントラストが形成されずに連続像の観察が困難であった。このため、導入装置については、FIB 断面の SEM 像取得機能と EBSD 解析の安定性を重視して選定を行った。この結果、FEI 社製の Scios を 2015 年 1 月に導入した。今回導入した装置は、図 3-2.6.3-4 に示すように、カラム内に 3 つの検出器(T1、T2、T3)を持っている。この内、ポールピース内に新たに開発された反射電子検出器 (T1 検出器) により、これまでは困難であった FIB で作製した平滑面の組織観察が可能となった。図 3-2.6.3-5 に、SEM 加速電圧 2kV で撮像した、FIB で作製した同一断面の SEM 像を示す。図から、T1 検出器では結晶の形態について観察可能であるが、T2 および T3 検出器は、表面の凹凸等は観察でき

るが、結晶組織の情報を得ることが困難であることが分かる。このように T1 検出器を用いた SEM 連続像の観察から、三次元組織の構築が可能となった。

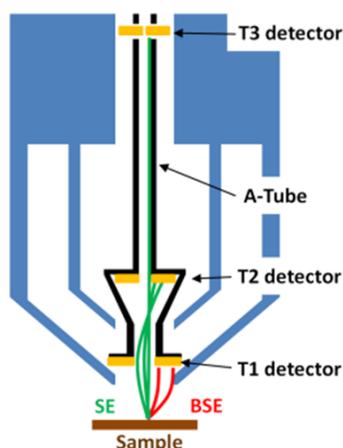


図 3-2.6.3-4 三次元マイクロ解析装置（FEI 社製、Scios）の検出器模式図

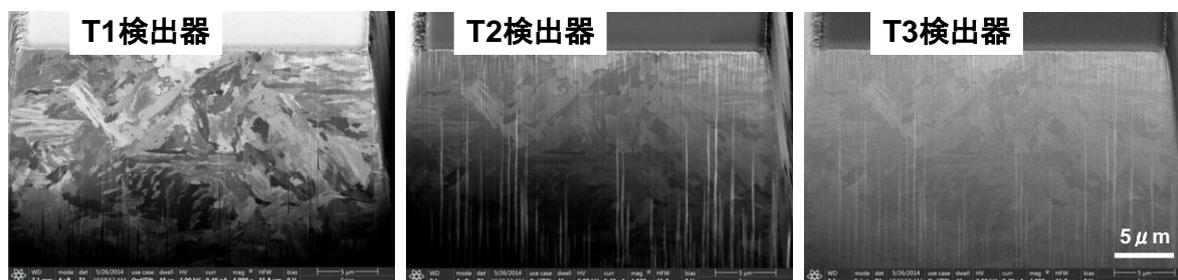


図 3-2.6.3-5 FIB で作製した同一断面 SEM 像の検出器による違い（加速電圧：2kV）

今回の開発材は、残留オーステナイトを含む鋼板であるために、鋼中の BCC 相（フェライト、マルテンサイト、ベイナイト）と FCC 相（オーステナイト）の識別が必要となる。このため、組織の特定は非常に重要になる。そこで、対象となる組織の識別を行うために、三次元組織のスライス・観察方法について検討を行い、観察条件を最適化した。パーライト鋼での組織観察条件最適化の例を図 3-2.6.3-6 に示すが、3D 組織観察最適化により、パーライトラメラを連続的に捕え、的確な 3D 組織評価が実施されていることがわかる。同時に、EBSD を用いた三次元組織観察方法の検討もを行い、組織の三次元 EBSD 像の取得が可能になった（図 3-2.6.3-7）。また、2015 年度に導入したメゾスケール高速アナライザーについては、測定条件について検討を行い、低倍から高倍のマルチスケールでの組織観察が可能となるとともに、元素分析の短時

間化を行うことが出来た。

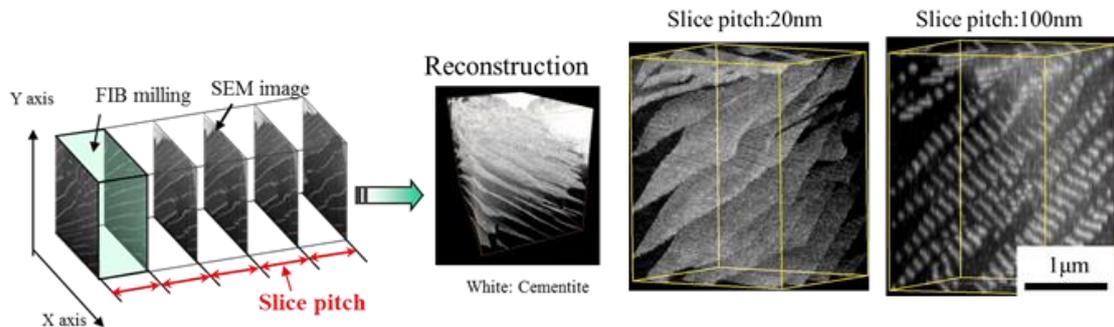


図 3-2.6.3-6 三次元像観察の模式図及び 3D 組織像構築に及ぼす FIB 加工条件の影響

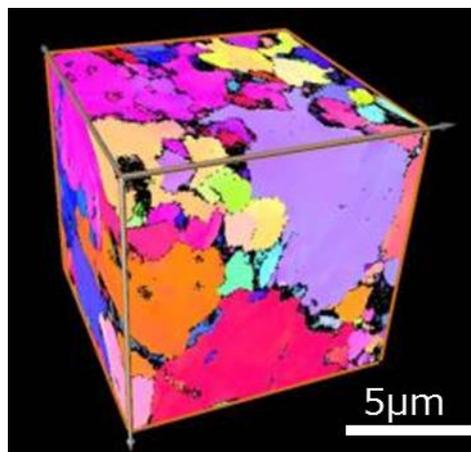


図 3-2.6.3-7 3D-EBSD を用いた三次元像

2).2.2 3D 組織解析、メゾスケール高速定量アナライザー組織評価

三次元マイクロ組織解析装置およびメゾスケール組織解析装置について、本プロジェクトで開発中の革新鋼板に適用するための最適化検討を行った。本開発鋼は、ベイナイトなどの bcc 相と fcc 相（残留 γ ）を含む複相鋼で、最終組織形態と機械的特性との関係明確化が重要である。なかでも伸び特性に大きく影響する残留 γ 相は、XRD 法や、SEM 等による、形態や体積分率等の情報だけでなく、その空間的分布、個々の γ 相の安定性に関する情報取得が望まれている。

三次元マイクロ組織解析装置は図 3-2.6.3-8 に例示するように、連続的な加工面の SEM 観察データからの再構築像により、材料内部組織をサブミクロンの空間分解能で三次元的に掌握可能である。しかし、鋼組織を構成する主要な結晶相間では、その組成的な変化が小さく、加工面の SEM 像から迅速に個々の相同定をすることは困難であるため、結晶方位同定機能（EBSD）を組み合わせることによって粒界の認識と、残留 γ 相の抽出を行い、開発鋼中の残留 γ 組織の三次元分布を捉えることが出来るようになった。

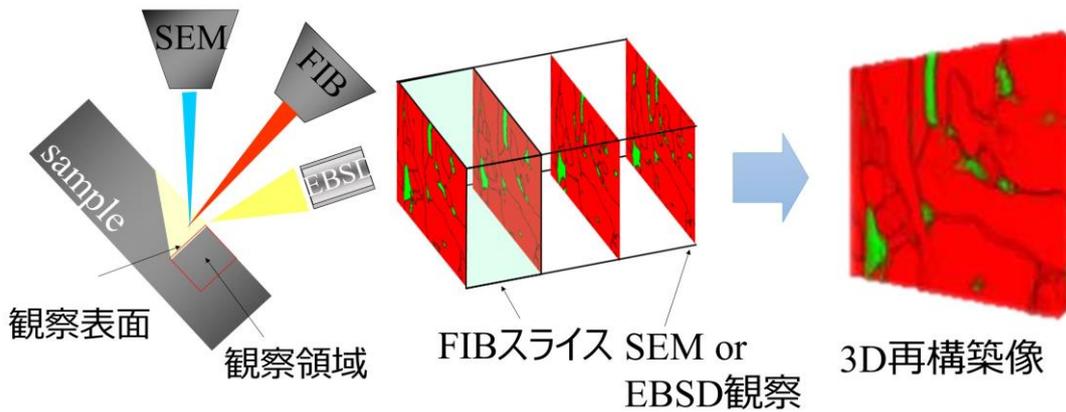


図 3-2.6.3-8 三次元像観察のための FIB 装置内の加工・観察の模式図

次に、メゾスケール高速定量アナライザーについては、C、Si、Mn の主要元素分析条件について検討を行い、低倍から高倍のマルチスケールでの元素分析の短時間化を実現した。図 3-2.6.3-9 は低倍で取得した Si マッピングデータを高倍率までズームアップしたものを示している。高精細分析ピッチの実現により、鋼板板厚み方向に存在するマクロ偏析状態を把握するとともに、サブミクロンレベルの変態組織に応じた Si 分配の描像が明確にとらえられている。

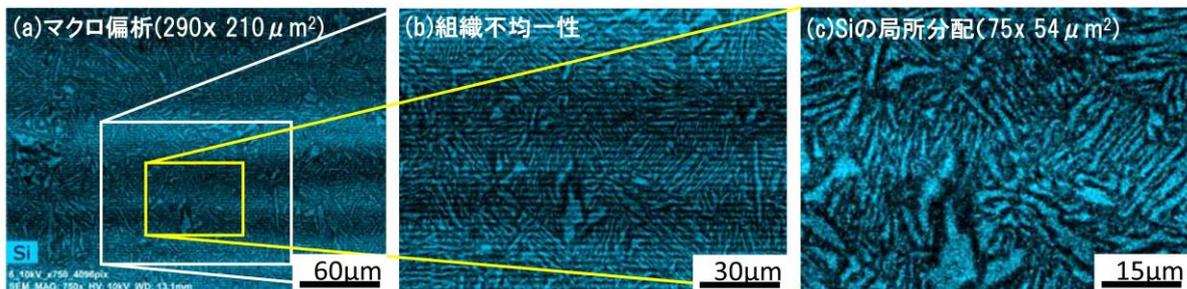


図 3-2.6.3-9 残留 γ 含有鋼の Si 元素マップ取得例

以上のように、高伸び特性に効果のある残留 γ 相の空間的分布を明確にすること、さらに鋼板中の元素分布を広域かつ、サブミクロンレベルで明らかにする検討により、本プロジェクトで導入した装置群が、この種の組織解析に効果的に適用できることが示され、開発鋼の最終目標達成に寄与した。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.6.3-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	3	9	1	0	0	1	1
2015FY	0	0	6	0	0	0	0	0	1
2016FY	3	0	12	0	0	0	0	0	1
2017FY	3	0	14	0	0	0	0	0	2
2018FY	6	0	5	0	0	0	0	1	0
2019FY	2	0	3	0	0	0	0	0	0
2020FY	3	0	2	0	0	0	0	2	0
2021FY	1	0	2	1	0	0	0	0	0
2022FY	1	0	1	0	0	0	0	0	0
合計	19	0	48	10	1	0	0	4	5

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.6.3-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2013FY	0	0	0
2014FY	2	0	1
2015FY	1	0	1
2016FY	5	0	1
2017FY	3	0	0
2018FY	0	0	1
合計	11	0	4

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.6.3.3 参考文献

無し

2.6.4 [テーマ番号 25] 中高炭素鋼ベース高強度高延性複層鋼板の開発 (2013年度～2015年度)

2.6.4.1 テーマの概要

(1)背景と目的

複層鋼板は、従来の FRP や FRM の複合材料では設計に取り入れられていなかった「延性」の向上を材料の中心設計に取り入れ、異なる強度・延性を有する鋼板を複層化した金属-金属の複合材料である。これによって、これまで超高強度を達成できるも極めて延性が低いために構造材料への適用が困難であった焼入のままのマルテンサイト鋼を構成層として複層化によってその延性を向上させることができるとともに、従来の鉄鋼材料の設計で熱力学的に制約されていた複数の相の空間配置や分率、組成を自由に設計できることになり、モノリシックな鉄鋼材料では到達できない超高強度と高延性を両立する新規の鉄鋼材料を可能とするものである。

(2)位置付け、目標値

表 3-2.6.4-1 研究開発目標と根拠

研究開発項目	第一中間目標 (2015年度末)	第二中間目標 (2017年度末)	最終目標 (2022年度末)
超高強度—高延性を両立する炭素鋼ベースの複層鋼板の開発	研究開発の本格的な実施を目指して、次世代の移動体の大幅軽量化に資する強度 1.5GPa 以上、伸び 20%以上の複層鋼板の実現可能性を確認する。	2015年度までの FS 研究	
鋼／非鉄合金複層化の検討	中高炭素との複層化に適した非鉄合金を選定し、層の幾何設計とともに界面形成の技術・条件についても検討を進め、その結果の複層材の特性評価にも取り組む。	2015年度までの FS 研究	

(3)全体計画

研究開発の本格的な実施を目指して、次世代の移動体の大幅軽量化に資する強度 1.5GPa 以上、伸び 20%以上の複層鋼板の実現可能性を確認する。2015年度まで FS 研究として可能性を見極める。

(4)実施体制

本テーマは尼崎分室（新日鐵住金株式会社）が、再委託先 1 大学とともに実施した、

(5)運営管理

新日鐵住金内部および再委託先との進捗会議を定期的実施し、適切な運営管理に努めてきた。具体的には、1 回／年の頻度で、当社幹部（鉄鋼研究所所長、先端技術研究所所長）へのキックオフおよび進捗報告会議を実施した。さらに、実務者間で、1 回／月の進捗会議および、3 回／年の頻度で再委託先との進捗会議を実施した。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030 年度）

強度 1.5GPa、伸び 20%の複層鋼板が達成された場合、フロントメンバーに適用すれば約 30%の軽量化、B ピラーなどのサイドメンバーに適用すれば約 38%の軽量化が可能と試算している。他方、スクラップ鋼をはじめとする劣質原料から構成層を形成しても高性能な金属材料を達成可能であるため、資源の乏しい我が国の資源戦略、鉄鋼や金属の生産の環境負荷の低減、などの点から大きなインパクトにつながる。

2.6.4.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.6.4-2 最終目標と達成度

研究開発項目	第一中間目標 (2015 年度末)	研究開発成果	達成 度※	原因・課題と解決方針 ※未達の場合のみ
超高強度—高延性を両立する炭素鋼ベースの複層鋼板の開発	研究開発の本格的な実施を目指して、次世代の移動体の大幅軽量化に資する強度 1.5GPa 以上、伸び 20%以上の複層鋼板の実現可能性を確認する。	中高炭素 TRIP 鋼およびマルテンサイト鋼を用い、層数を 3~5 層として試作し、1.5GPa 以上、伸び 20%以上の複層鋼板の実現可能性を確認した。	○	
鋼／非鉄合金複層化の検討	中高炭素との複層化に適した非鉄合金を選定し、層の幾何設計とともに界面形成の技術・条件についても検討を進める。	鋼と Mg 合金の接合を可能とする条件を導出	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、△達成見込み、×未達

(2)研究開発の成果と意義

本研究では、中高炭素鋼ベースのマルテンサイト鋼の高強度を活かしつつ高延性を達成する手段として、高延性層との複層化によるマルテンサイトの低延性克服を狙った。2015 年度までに、複層の界面強度の確保、構成層の幾何設計、各構

成層の組織・力学特性とそのバランスの最適化により、モノリシックな鋼では未達の超高強度－高延性の両立と実用化の可能性を検討した。

1) 構成層の特性制御・複層幾何設計

複層鋼板の特性は、構成層の特性と幾何設計指針から予測可能である。複層材料の一様変形を阻害する変形形態は、高強度層が単独で脆性的に破断する形態（Tunneling crack）と、界面が剥離することにより高強度層が高延性層の力学的拘束を失い脆性的に破断する形態（H-shaped crack）の2種類が考えられている。Tunneling crackの発生を抑制する条件は、弾性体と仮定すると、

$$t_A \leq \frac{4K_{IC}^2}{\pi\sigma} \quad (1)$$

完全弾塑性体と仮定すると、

$$t_A \leq \frac{2\sqrt{3}K_{IC}^2\sigma_y}{\sigma^3} \quad (2)$$

で記述される。ここで、 K_{IC} は破壊靱性値、 σ は一軸引張応力、 t_A は高強度層の厚さである。図 3-2.6.4-1 に式(1)と(2)から求められる高強度層（マルテンサイト鋼）の破断伸びと高強度層の厚さの関係を示す。上式に従えば、高強度層の厚さが減少するに伴い、破断伸びが増加する。高炭素マルテンサイト鋼を高強度層とし、高炭素 TRIP 鋼または TWIP 鋼と組み合わせる場合には、マルテンサイト層の厚さが約 150 μm 以下の場合に脆性破壊が抑えられ、延性を持つと予測される。

つまり、高炭素マルテンサイト鋼/TRIP鋼、またはTWIP鋼との複層鋼板の設計には、マルテンサイト層厚を150 μm 以下にすることが望ましい。複層鋼板の層数は、板厚が1mmの場合には7層、0.75mmの場合には5層に相当する。

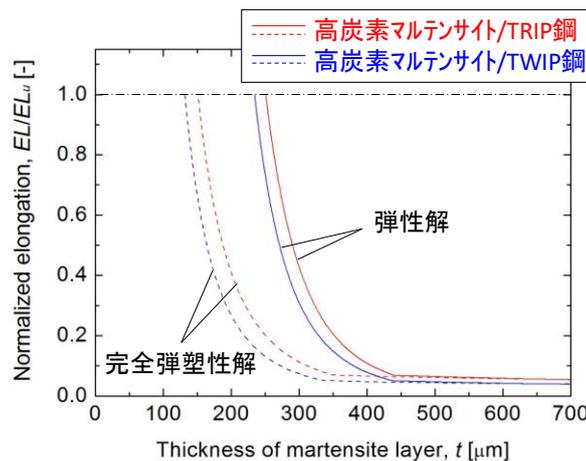


図 3-2.6.4-1 複層鋼板の破断伸びの予測

2) 複層鋼板の試作・評価

構成層を高炭素マルテンサイト鋼、高炭素 TRIP 鋼、高炭素 TWIP 鋼とし、1)幾何設計に従い、複層鋼板を試作した。

炭素を0.4~0.6%含む鋼において、複層鋼板生成後、各構成層がマルテンサイト、TRIP、TWIPになるよう成分設計を行った。まず、各鋼を真空溶製後、熱間圧延により2.5~6mmの板材を得た。これらの熱延材を5層積層し、四周溶接を行った後、1050℃で加熱後、図3-2.6.4-2に示すような熱間圧延を行った。熱延後の板厚は3.0~3.5mmである。熱間圧延材は、焼き戻し後、冷間圧延を行い、1.0~1.2mmの板厚を得た。その後、適正な熱処理条件を選び、各層の組織制御を行った。

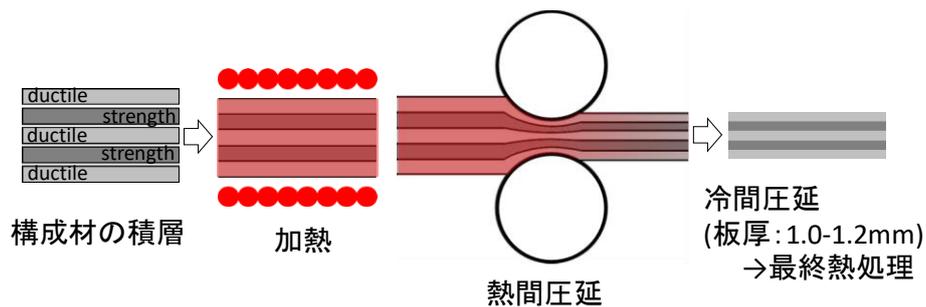


図3-2.6.4-2 複層鋼板の試作方法

3) 第2世代複層鋼板の特性

図 3-2.6.4-3 に目標特性に対する複層鋼板試作材の引張特性を示す。一部、目標に到達しており、本研究で進めている材料設計指針は妥当であると判断される。

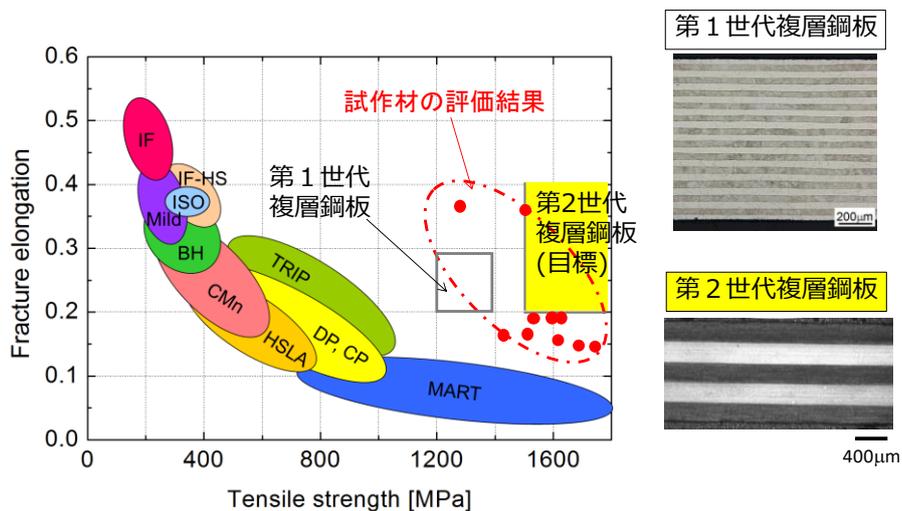


図3-2.6.4-3 高炭素マルテンサイト/高炭素TRIP鋼またはTWIP鋼の積層鋼板の目標性能と結果

4) 鋼/非鉄金属の複層化

鋼と非鉄金属との複層化の検討を開始し、ステンレスと Mg 合金の複層化を試みた (図 3-2.6.4-4)。従来、鋼と Mg 合金の接合強度は弱く、複層材料としての延

性確保が困難であった。しかしながら、反応型液相拡散接合（TLP 接合）により、界面に Fe_2Al_5 反応相を生成させることにより（図 3-2.6.4-5）、界面強度が 5 倍程度向上することが明らかになった。そこで、TLP 接合により SUS304 と AZ31 合金の複層化を図り、引張特性を評価した。その結果、AZ31 単体の強度、伸びを大幅に超える特性を示すことが明らかとなった（図 3-2.6.4-6）。



図 3-2.6.4-4 鋼/Mg 合金の複層化

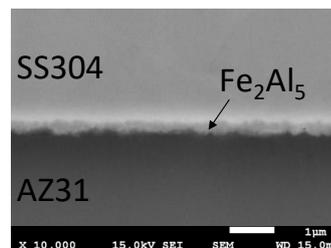


図 3-2.6.4-5 鋼/Mg 合金界面の化合物制御

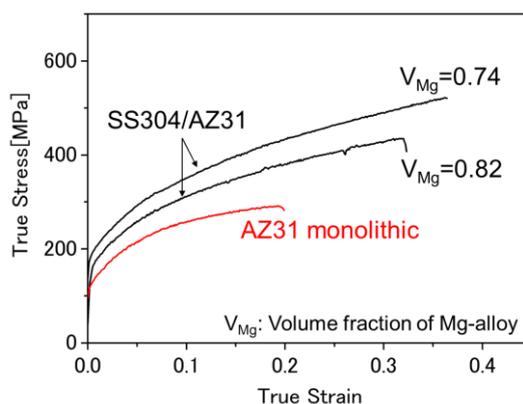


図 3-2.6.4-6 鋼/Mg 合金複層材料の引張特性

5)まとめ

中炭素～高炭素をベースとした鋼板を構成層とし、製造性の観点から層数を 3～5 層に抑え、強度 1500MPa、伸び 20%以上の複層鋼板の実現可能性を検討した。具体的には、文部科学省の先行プロジェクトで確立した複層鋼板の設計原理に基づき、中高炭素 TRIP 鋼およびマルテンサイト鋼の複層化を検討し、目標特性達成のための材料およびプロセス条件の指針を提示した。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.6.4-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読 付き	その 他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレ ス発 表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
2015FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
合計	0	0	0	0	0	0	0	0	2

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

複層鋼板の基本特許はすでに日・米・韓・中・欧で成立。

表 3-2.6.4-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	0	0	0
合計	0	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.6.4.3 参考文献

なし

商号変更：2019年4月1日付けで、新日鐵住金から日本製鉄に社名変更。

2.6.5 [テーマ番号 26] 「複層鋼板の界面構造解析と特性調査」
(2014 年度～2015 年度)

2.6.5.1 テーマの概要

(1)背景と目的

自動車等の輸送機器の軽量化に向けて開発が進められている革新的鋼板開発に際し、その有効な一つの手段である複層鋼板について、その界面構造解析と特性調査や微細組織構造解析技術の確立により複層化による高強度・高伸び特性の発現機構や耐水素脆化特性や靱性向上といった高性能化に対する検討を行い、さらに FEM および第一原理計算などの解析手法により、複層鋼板の界面接合モデル・水素拡散モデル（プロトタイプ）を構築することで、複層鋼板の界面強度発現機構に対する検討を行うことを目的とする。

(2)目標値

複層鋼板の界面構造解析と特性調査として、複層鋼板の微細組織構造解析技術とマルテンサイト鋼の 3 次元構造解明を通じたき裂伝播抑制に好適な組織指針の導出を通じた高機能化（高伸び、水素脆化特性等）を達成するための複層材料構成・層構成の追究、接合メカニズムの解明、FEM および第一原理計算などの解析手法による複層鋼板の界面接合モデル・水素拡散モデルの構築を通じた複層鋼板の界面強度発現機構に対する検討を完了させる。

表 3-2.6.5-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第 1 中間目標 (2015 年度末)	第 2 中間目標 (2017 年度末)	第 3 中間目標 (2020 年度末)	最終目標 (2022 年度末)
複層鋼板の界面構造解析と特性調査	- マルテンサイト鋼の 3 次元構造の解明 - 複層化による高機能化検討 - 接合メカニズム解明			
複層鋼板の微細組織構造解析技術の確立	- マルテンサイト鋼の変形挙動・き裂進展挙の解明			
複層鋼板の界面接合モデル・水素拡散モデル(プロトタイプ)の構築	- FEM および第一原理計算によるモデルの構築			

(3)全体計画

① 複層鋼板の界面構造解析と特性調査

高強度マルテンサイト鋼板ならびに複層鋼板を実験室的に作製し、その基本的な材料特性を調査する。本結果と後述する再委託研究結果を複合的に解析・評価することで、高機能化（高伸び、水素脆化特性等）を効果的に発現させるための諸条件を明確化する。

【2014 年度】

母材マルテンサイト鋼の変形・破壊機構解明に対して、高強度マルテンサイト鋼を対象として、その三次元構造解析を行う。これらの組織解析と平行してき裂伝播実験を行い、破壊機構に対する微視組織構造の影響を調査する。複層化による高機能化検討に対しては、複層鋼板に加えて、層厚比を変更した合わせ材を使用した複層鋼板を実験的に追加作製し、その変形挙動観察、および水素浸入実験を行う。複層界面の接合メカニズム解明に対しては、各種異種材料を使用したモデル拡散対を作製し、その剪断強度評価を行い、限界剪断エネルギーに及ぼす接合条件の影響を導出する。

【2015 年度】

母材マルテンサイト鋼の変形・破壊機構解明に対しては、微細マルテンサイト鋼に対しても同様のき裂伝播実験および三次元構造解析を行い、微視組織構造の差異が変形・破壊機構に対してどのように影響を及ぼすかを明確化する。複層化による高機能化検討に対しては特に水素脆化特性に対する合わせ材の影響を系統的に取りまとめる。複層界面の接合メカニズム解明に対しては、高精度の電子顕微鏡等を用いた界面構造解析を行い、接合条件、接合強度と界面構造との関係を明確化する。

② 複層鋼板の微細組織構造解析技術の確立

本テーマは、母材となる高強度マルテンサイト鋼および低強度(低炭素)鋼をはじめとした各種合わせ材の組み合わせによる積層鋼板に対して、その変形挙動、き裂進展挙動を解析すると共に、最新の解析機器（SEM, 高分解能 TEM, EBSD 等）を用いた組織観察・方位解析を行い、高機能化に対して好適な微視組織構造や複層構成に対する知見を取得することを目的とする。

【2014 年度】

マルテンサイト鋼母材ならびに複層鋼板を用い、In-Situ 引張試験による変形挙動観察ならびに解析を継続して実施する。更に、各鋼板の結晶方位解析、すべり系解析を平行して行い、複層化により発現する高伸び特性に影響を及ぼす因子を明確化する。

【2015 年度】

微細マルテンサイト鋼母材および同鋼を母材とした複層鋼板に対して 2014 年度と同様の実験・解析を実施する。これらの実験・解析により、き裂伝播に対して好適なマルテンサイト組織構成、複層化による高機能化(特に高伸び特性)発現に影響する因子を明確化する。

③ 複層鋼板の界面接合モデル・水素拡散モデル(プロトタイプ)の構築

本テーマは、FEM や第一原理計算法などの数値計算法を用いて、複層鋼板の界面接

合モデル・水素拡散モデルのプロトタイプ構築に関する検討を行うことを目的とする。

【2014年度】

第一の技術課題である複層鋼板の水素拡散モデルのプロトタイプ構築に対しては、炭素を含む鋼中の水素拡散現象のモデル化を進める。第一原理計算法と経路積分計算法の連成解析を行うソフトウェアを使用して拡散現象のモデル化を行い、モデルの適正化を図っていく。

複層鋼板の界面接合モデルのプロトタイプ構築に対しては、異相界面のモデルとして BCC 鉄 - FCC ニッケル界面を取り上げ、分子動力学法により界面接合メカニズムを原子レベルで解析する。

【2015年度】

2014 年度に予定している各種数値計算を継続して行うと共に、JFE スチールにて実施する各種実験(水素浸入試験、拡散対の剪断強度試験等)結果と照らし合わせることで、複層鋼板の水素拡散モデル(プロトタイプ)、界面接合モデル(プロトタイプ)の双方を構築する。

(4)実施体制

本テーマは、千葉分室（JFE スチール株式会社）が再委託先 2 大学と共に実施する。

(5)運営管理

テーマ(26)登録研究員による実務者進捗会議を1ヶ月に1回開催。また、再委託先との進捗会議を3ヶ月毎に開催。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

アジアなど新興国を中心に安価で、かつ自動車の軽量化・安全性向上効果の大きい超高強度鋼板のニーズは爆発的に拡大することが予想されており、1.5GPa 級冷間プレス用鋼板の需要は、2020 年で 200 万 t/年以上、2030 年で 300 万 t/年以上に達する可能性がある。また、自動車の燃費向上によるエネルギー消費量と CO₂ 排出量が大幅に削減され、燃費改善目標（国立環境研究所 AIM PJ チーム試算）の 10～20%相当の CO₂ 削減で地球温暖化ガスの低減に寄与する。

2.6.5.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.6.5-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
複層鋼板の界面構造解析と特性調査	マルテンサイト鋼の3次元構造の解明、複層化による高機能化検討、接合メカニズム解明 (2015年度)	3次元マイクロ組織解析装置を用いて三次元構造観察を実施、層構造を変化させた複層鋼を用いた評価によって複層化による特性向上を検討 FEMによる歪解析により接合界面の挙動を明確化	○	
複層鋼板の微細組織構造解析技術の確立	マルテンサイト鋼の変形挙動・き裂進展挙動の解明 (2015年度)	その場引張装置を用いた実験により、マルテンサイト鋼の変形挙動・き裂進展挙動を解明	○	
複層鋼板の界面接合モデル・水素拡散モデル(プロトタイプ)の構築	FEMおよび第一原理計算によるモデルの構築 (2015年度)	水素透過試験によって高強度鋼中の水素拡散現象を解明、モデル拡散対の評価およびFEMによる解析モデルを構築	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

複層鋼の母材となる高強度マルテンサイト鋼、および高強度マルテンサイト鋼を母材として用いオーステナイト系ステンレス鋼を合わせ材として板厚比を変化させた複層鋼板を作製し、強度特性を調べた。

その結果、複層鋼板の引張強度は合わせ材として使用したオーステナイト系ステンレス鋼の合わせ材板厚比に応じて低下する一方で、伸び特性は積層化により大きく向上した。複層鋼板による高強度・高延性化に関しては十分な界面強度を得ることが重要と考えられているが¹⁻⁷⁾、本研究で作製した複層鋼においては引張破断部の層界面近傍での剥離は生じておらず、複層鋼板による高強度・高延性化に関する界面強度の寄与を明確に示した。

また、高強度・高延性化のために必要な界面接合強度の指針を得ることを目的に、FEMによる複層鋼板の変形解析および界面接合の原子レベル解析を行ったところ、相当塑性歪は母材と合わせ材とで連続的に変化しており、試験片中心部で歪みが大きくなる一方で、せん断応力は母材と合わせ材で不連続であり、接合界面の母材側で大き

な値になることが明らかとなった。

さらに、複層鋼の母材である高強度マルテンサイト鋼の高ひずみ域での変形挙動について詳細に観察を行った結果、延性亀裂は主に旧 γ 粒界を伝播する傾向が確認され、より高強度・高延性鋼板の開発に対する粒界制御の重要性を示した。

鋼中への水素侵入挙動を解明するため、高炭素マルテンサイトと極低炭素フェライトを複層化した鋼板を使用し、電気化学的水素チャージによる水素透過試験を実施した。その結果、複層材の水素拡散は拡散速度の遅いマルテンサイト鋼に律速されるのではなく、合わせ材の影響を強く受けることが判明した。また、実際の部材として使用される場合は様々な加工や応力場を受けるため、水素の拡散挙動も影響を受けることが予想され、FEMにより複層鋼板の弾塑性－水素拡散連成解析を行い応力場の影響を調査したところ、応力が付与されると接合界面近傍に水素が集積することが示され、接合界面での水素集積を考慮した材料設計の必要性を示した。さらに、実際の材料組織では転位や粒界などのトラップサイトとの相互作用も考慮に入れる必要があり、高強度材で見られる水素による粒界破壊等の現象を理解するには、分子動力学法（MD）等による原子レベルでの水素の挙動を解析することが有効であるが、本研究では第一原理計算によって求めた原子間ポテンシャルとMDシミュレーションにより解析を行った。

また、複層鋼の界面強度に対しては、接合部での合金元素の拡散によって整合性の高い界面を形成することの重要性を示し、炭素鋼と高Ni合金及びオーステナイトステンレス鋼からなるモデル拡散対を作製して剪断強度の評価を実施し、FEMモデルによって拡散接合モデルの構築を行った。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.6.5-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2014FY	0	0	4	0	0	0	0	0	1
2015FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
合計	0	0	4	0	0	0	0	0	2

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.6.5-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願 [※]
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	0	0	0
合計	0	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.6.5.3 参考文献

- 1) Inoue et al.: Scripta Materialia, 59 (2008), 1055-1058.
- 2) Nambu et al.: Scripta Materialia, 60 (2009), 221-224.
- 3) Michiuchi et al.: Acta Materialia, 57 (2009), 5283-5291.
- 4) 小関ら: 金属, 80 (2010) 4, 271-275.
- 5) 井上ら: 金属, 80 (2010) 4, 276-282.
- 6) 道内ら: 金属, 80 (2010) 4, 283-288.
- 7) 南部ら: 金属, 80 (2010) 4, 289-293.

2.6.6 [テーマ番号47] 異相界面腐食解析の基盤技術開発 (FS 研究) (2017 年度)

[テーマ番号61] 超高強度鋼板の腐食挙動解析技術の開発 (2018 年度～2020 年度)

2.6.6.1 テーマの概要

(1)背景と目的

自動車等の輸送機器の燃費改善には、エンジンを始めとした動力機関の効率向上とともに、車両の軽量化が重要な取組課題であり、超高強度鋼材の部材への適用拡大が車両軽量化の重要な手段の一つである。一方、中長期的視点では資源リスクや原料の品質劣化などの不安定要因が懸念されており、省資源、稀少元素代替の革新的技術開発も求められている。鉄鋼各社では、これら要求に対応した革新的な次世代中高炭素鋼の開発を推進し、当初目標とした強度や延性などの特性についての実現めどを得た状態である。

今後、実用特性として重要な腐食特性の把握が必要となってくる可能性が高いことから、鉄鋼分科会の協調課題として腐食挙動解析のための基礎技術向上の必要性が指摘された。本事業では特に、革新鋼材に特徴的な異相界面を起点とする腐食の解析技術開発を目的とした。

(2)目標値

表 3-2.6.6-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
マクロ腐食挙動との 対比 (日本製鉄)			侵食形態に及ぼす 組織、環境因子検 討技術の獲得	マイルドな大気腐食環 境での腐食特性評価か ら開発技術の性能範囲 を提示
マクロ腐食挙動との 対比 (JFE)			侵食形態に及ぼす 組織、環境因子検 討技術の獲得	海浜環境での腐食特性 の評価から測定技術の 性能範囲を提示
マクロ腐食挙動との 対比 (神戸製鋼所)			侵食形態に及ぼす 組織、環境因子検 討技術の獲得	塩分飛来環境での腐食 特性評価から測定技術 の性能範囲を提示
微小電気化学計測技 術開発 (東北大)		μm レベルの微 細組織の腐食挙 動解析技術確立	nm レベル電気化 学 計測技術確立	残留 γ を含む微細組織 の腐食特性を評価でき る技術を提示
局所構造解析技術開 発 (北海道大)		μm レベルの微 細組織の腐食生 成物解析技術検 討	サブ μm レベル In-situ 腐食生成物 解析技術	異相組織間腐食定量解 析技術開発 残留 γ 含有組織の腐食 生成物解析技術開発

局所腐食電位計測技術開発 (NIMS)		μm レベルの微細組織の腐食電位解析技術検討	マルチスケール腐食電位計測による In-situ 腐食起点計測技術開発	腐食起点解析技術をマルチスケールに展開する
多拠点間測定座標共有技術検討 (NIMS他)			拠点間での解析部位共有化技術開発	拠点間での注目部位共有化

(3)全体計画

2017 年度は、開発される革新鋼材の、構造材料としての実用化を可能とするための基礎技術として、腐食挙動解析技術の高度化に取り組んだ。多数の異相界面を有する微細組織鋼表面の腐食挙動についてはいまだ明らかとなっていない部分が多いため、そのような異相組織中の腐食挙動解明のための基礎研究に向けて、革新鋼材の耐食性を適切に把握・評価するための共有技術に関する FS 研究を行った。

【第2期目標 (2017年度末)】

- ・ 共通試験片として S45C 相当材を用い、熱処理により数通りのフェライト/パーライト組織鋼を作製し、微細組織がマクロな腐食挙動に及ぼす影響を調査する。
- ・ フェライト/パーライト組織の第2相であるセメンタイトに注目し、母相腐食に及ぼすセメンタイト相の影響を調査できる解析技術について検討する。

2018 年度以降は、本研究として、第2期目標から1歩進み、さらに微細な組織の腐食挙動の検出を目指した。

【第3期目標 (2020年度末)】

- ・ nm オーダーの組織の腐食解析技術の獲得を目指し、残留 γ 相の腐食挙動を解析できる技術の開発を進める。

開発される一連の、サブ μm ~nm レベルの腐食現象把握技術を共有基盤技術とし、鉄鋼各社は開発した革新鋼材の腐食特性の評価を進め、各研究機関は、開発した解析技術の普遍化につとめ、解析プラットフォーム化を進め、広く構造材料の腐食性評価手法として活用することを目標とした。

本事業での具体的な開発課題を以下に示す。

① 異相組織を有するモデル鋼の作製とマイルドな大気腐食環境での腐食特性検証

開発技術の評価できる異相組織を有するモデル鋼を作製し、各分担研、再委託先研究機関と連携し、腐食特性把握技術の開発に用いる。また、本モデル鋼を用い、年平均塩分飛来量 0.04 mdd 以下のマイルド環境でのマクロな腐食特性を把握し、本提案で開発される測定技術の性能範囲を提示する。(mdd: $\text{mg}/\text{dm}^2/\text{day}$ 、1日当たり 10cm 四方の面積に付着する塩分量)

② 異相組織を有する鋼材の過酷環境での腐食特性および水溶液中でのマクロな腐食特性の検証

開発技術を評価できる異相組織を有するモデル鋼を用い、年平均塩分飛来量 1mdd 超の過酷環境でのマクロな腐食特性を把握するとともに、ラボでのマクロな電気化学特性評価を行い、本提案で開発される測定技術の性能範囲を提示する。

③ 異相組織を有する鋼材の過酷環境での腐食特性およびラボ加速試験による腐食特性の検証

開発技術を評価できる異相組織を有するモデル鋼を作製し、各分担研、再委託先研究機関と連携し、腐食特性把握技術の開発に用いる。また、本モデル鋼を用い、年平均塩分飛来量 約 1~0.04 mdd 以下の塩分飛来環境でのマクロな腐食特性を把握するとともに、ラボでの CCT 試験を通じ、本提案で開発される測定技術の性能範囲を提示する。

④ 異相組織の腐食に及ぼす作用明確化技術開発

腐食発生に及ぼす異相界面および粒界偏析への影響を把握できる電気化学評価手法の開発を行う。具体的には、水溶液下腐食挙動可視化技術を高度化するため、リアルタイム観察技術、微小腐食電流計測・制御技術の開発を主導する。

⑤ 異相組織腐食生成物のその場分析技術開発

腐食電気化学反応の過程で形成される腐食生成物は、鋼材の腐食の進展に重要な役割を担う。特に、異相界面に着目し、ミクロ組織ごとの腐食生成物のその場分析技術を開発し、革新鋼材の腐食特性を評価、予測技術の高度化を推進する。腐食環境下での腐食生成物特性を解析可能とするための、分光分析技術、物質・電荷移動特性把握技術の高度化研究が中心となる。

⑥ ミクロ・ナノ異相組織を有する構造材料の腐食起点解析技術の開発

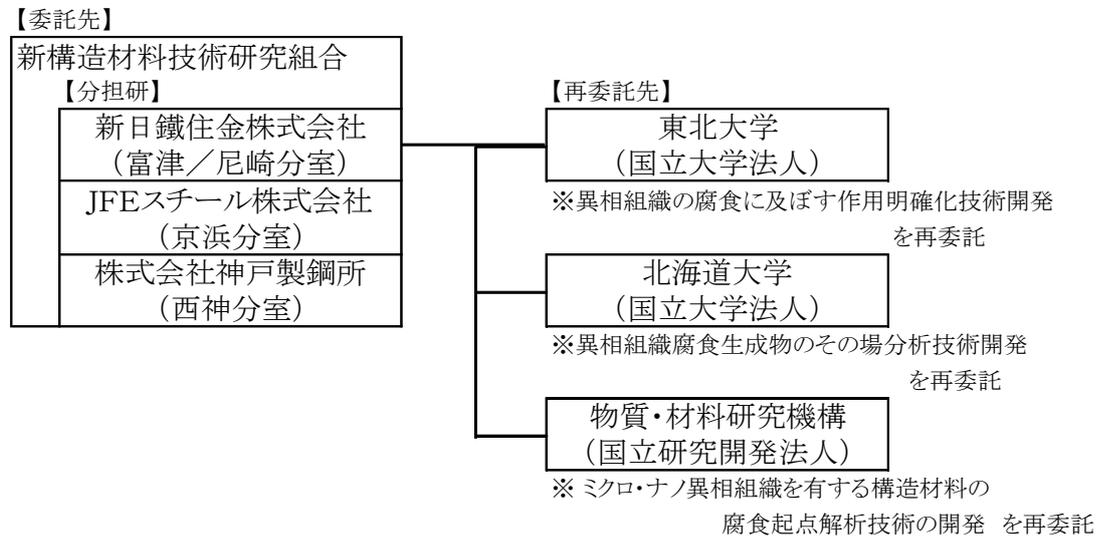
異相組織を有する構造材料における腐食起点の検出のための、腐食電位計測技術を構築する。特に KFM (Kelvin Force Microscope) 法の腐食起点解析ツールとしての高度化を推進するとともに、マルチスケール化による測定範囲の拡大、適用環境として大気腐食環境への拡大を目指す。さらに解析の高度化の一環として、得られるケルビン電位の定量化技術を開発する。

⑦ 多拠点間分析位置共有化技術開発

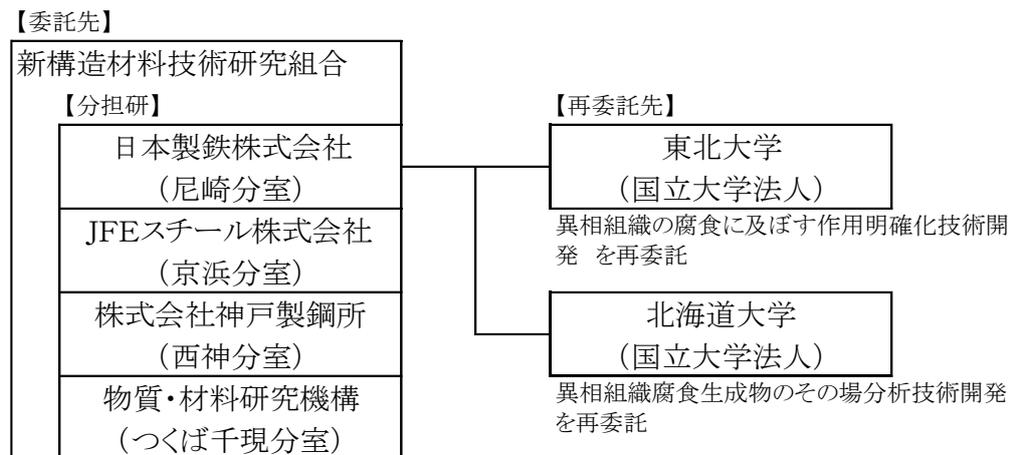
分担研企業ごとに注目する組織因子が異なることから、評価解析位置を各企業（日本製鉄、JFEスチール、神戸製鋼所）—各研究拠点（物質・材料研究機構、東北大学、北海道大学）間で共有化できる技術が必要となる。本技術の実現が、④、⑤、⑥技術の、革新鋼材腐食特性把握研究への適用、反映を後押しする。

(4)実施体制

2017 年度



2018 年度—2020 年度



(5)運営管理

全分担研および再委託先による技術検討会を 7 回/年程度開催し、進捗を管理した。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030 年度）

各社で進めている革新鋼板の耐食性評価・向上に適用する。

2.6.6.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.6.6-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (2020年度)	研究開発成果	達成度※	未達の場合 原因と解決方針
マクロ腐食挙動との対比（日本製鉄）	マイルドな大気腐食環境での腐食特性評価から開発技術の性能範囲を提示	<ul style="list-style-type: none"> ・フェライトパーライト組織鋼共通試験材開発 ・2種の共通試験片におけるマクロな腐食挙動の解析 	○	
マクロ腐食挙動との対比（JFE）	海浜環境での腐食特性の評価から測定技術の性能範囲を提示	<ul style="list-style-type: none"> ・2種の共通試験片の海浜環境での大気腐食特性評価 ・侵食形態解析技術の獲得 	◎	
マクロ腐食挙動との対比（神戸製鋼所）	塩分飛来環境での腐食特性評価から測定技術の性能範囲を提示	<ul style="list-style-type: none"> ・残留γ含有共通試験材開発 ・塩分環境下大気腐食特性解析 ・ラボ腐食加速試験条件確立 ・μXRD法による組織と腐食生成物対応技術の獲得 	◎	
微小電気化学計測技術開発（東北大）	残留 γ を含む微細組織の腐食特性を評価できる技術を提示	<ul style="list-style-type: none"> ・マスキング法、新型ポテンシオスタットを開発し、SPMと組み合わせることで、腐食解析において、nm分解能を達成 	○	
局所構造解析技術開発（北海道大）	<ul style="list-style-type: none"> ・異相組織間腐食定量解析技術開発 ・残留γ含有組織の腐食生成物解析技術開発 	<ul style="list-style-type: none"> ・顕微ラマン散乱分光装置およびICP-AESにより、マイクロ組織からの腐食溶出、腐食生成物生成挙動のその場解析を実現。 	○	
局所腐食電位計測技術開発（NIMS）	<ul style="list-style-type: none"> ・腐食起点解析技術をマルチスケールに展開する 	<ul style="list-style-type: none"> ・KFM装置による腐食起点解析のマルチスケール化可実現。 	○	
多拠点間測定座標共有技術検討（NIMS他）	<ul style="list-style-type: none"> ・拠点間での注目部位共有化 	<ul style="list-style-type: none"> ・拠点間で同一部位の腐食解析を可能とした。 ・マルチプローブによる腐食解析を実現した。 	◎	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

1.1 概要

自動車等の輸送機器の燃費改善には、エンジンを始めとした動力機関の効率向上とともに、車両の軽量化が重要な取組課題であり、超高強度鋼材の部材への適用拡大が車両軽量化の重要な手段の一つである。一方、中長期的視点では資源リスクや原料の品質劣化などの不安定要因が懸念されており、省資源、稀少元素代替の革新的技術開発も求められている。鉄鋼各社では、これら欲求に対応した革新的な次世代中高炭素鋼の開発を推進し、当初の目標とした強度や延性などの特性についての実現めどを得た状態である。

今後、実用特性として重要な腐食特性の把握が必要となってくる可能性が高いことから、鉄鋼分科会の協調課題として腐食挙動解析のための基礎技術向上の必要性が指摘された。超高強度鋼の腐食は、その特徴的な異相界面を起点とし進行する。本事業は、必要に応じて超高強度鋼の材料製造プロセスまで立ち返った検討を可能とするため、その組織因子ごとの腐食特性を評価解析可能な技術の獲得と、開発技術の共有基盤技術化を目的として各研究項目の分担推進を検討した。そのために必要な解析技術の予備検討を 2017 年度 FS テーマ（テーマ 47）として実施した。その結果をうけ、2018 年度～2020 年度本テーマ（テーマ 61）として実施した。

各鉄鋼メーカーは、超高強度鋼板の腐食特性評価に適した素材を試作し共通試験片として提供するとともに、マクロな腐食挙動を調査した。各研究機関は、サブ μm ～ nm レベルの腐食現象把握技術を開発し、共通試験片に適用し、開発技術の向上、普遍化につとめた。各鉄鋼メーカーは、開発技術の評価を行うとともに、各研究機関の腐食現象把握技術の技術開発の方向性を提示した。

以下に、各研究開発項目の内容及び成果を示す

1.2 標準試験材

鉄鋼各社および各研究機関で共通して用いる材料として、フェライトパーライト組織鋼（以下、A 鋼）および、組織中に残留 γ 相を有する鋼（以下、B 鋼）を作製し、以下の研究項目に用いた。研究項目ごとに、結果を提示する。

1.3 成果

1.3.1 異相組織を有するモデル鋼の作製とマイルドな大気腐食環境での腐食特性検証：尼崎分室

尼崎分室では、開発技術の評価できる異相組織を有するモデル鋼、A鋼、を作製し、再委託先研究機関を含む各分室に配布した。本研究項目を分担する尼崎分室では、西神分室から提供されたB鋼とともに、年平均塩分飛来量 0.04 mdd (mdd: $\text{mg}/\text{dm}^2/\text{day}$ 、1日当たり10cm四方の面積に付着する塩分量) 以下のマイルド環境で大気曝露試験を分担、実施した。曝露試験は季節要因を加味し、冬期：2018年12月21日開始、夏期：2019年8月20日開始の2回行った。いずれも、曝露期間は最長24週間とした。それら鋼材の曝露試験と同時に、腐食と大きな相関のある温度、湿度、塩分、硫酸化物についての環境測定を行った。回収した曝露試験片に対して、腐食量計測、腐食生

成物分析、腐食形態観察などを実施した。

1.3.2 異相組織を有する鋼材の過酷環境での腐食特性および水溶液中でのマクロな腐食特性の検証：京浜分室

京浜分室では、開発技術を評価できる異相組織を有するモデル鋼を用い、年平均塩分飛来量 1mdd 超の過酷環境での腐食特性検証を行い、本提案で開発される測定技術の性能範囲を提示することを目的とし研究開発を実施した。

尼崎分室および西神分室で作製された標準試験材であるフェライトパーライト組織からなる A 鋼と残留 γ を含有する B 鋼を用い、JFE スチール（株）の沖縄暴露試験場（以下、沖縄）および（財）日本ウエザリングテストセンター（JWTC）宮古島暴露試験場（内陸部）（以下、宮古島）での大気暴露試験および、中性水溶液中における電気化学測定を実施した。加えて、尼崎、銚子、沖縄、宮古島における暴露試験片の表面形態を数値化により評価した。

1.3.3 異相組織を有する鋼材の過酷環境での腐食特性およびラボ加速試験による腐食特性の検証：西神分室

西神分室では、下記を目標に検討を進めた。

- ・本事業の第二段階で適用される B 鋼と称する残留 γ を含んだ微細組織鋼の提供と、塩分飛来環境での腐食特性およびラボ加速試験環境でのマクロな腐食特性評価を開始する。
- ・塩分飛来環境での短期間腐食特性およびラボ加速試験環境でのマクロな腐食特性評価を行い、測定技術の性能範囲を提示する。
- ・塩分飛来環境での長期間腐食特性評価を行い、測定技術の性能範囲を提示する。

結果、腐食量やさび組成と環境因子の関係把握を暴露試験とラボでの加速試験で行うとともに、さび組成の変化には一定量の塩分が必要など環境因子の影響も理解できた。さらに、XRD 解析から微細構造が腐食への関与を示唆するデータが得られた。

また、開発技術を用いて、共通試験片の曝露結果の議論を深めるために、腐食面の形態について数値化を試みた。腐食形態を数値化することで、鋼種とその微細組織、腐食環境と特徴的な腐食形態の相関が議論でき、その議論は、開発技術で明らかとなる異相界面腐食形態の特徴、腐食性と結びつけた議論がより活性化するものと考えられる。

以降で、得られた成果について概説する。

図 3-2.6.6-3 に鋼材曝露試験場所一例を示す。これら鉄鋼メーカー等が保有する曝露場所を活用し、共通試験片 2 種（表 3-2.6.6-4 および 5）について曝露試験を行った。図 3-2.6.6-6 に結果一例を示す。鋼材 A を用いて、3 つの異なる環境で行った曝露結果である。同一鋼材を用いても、環境要因によりその腐食性は異なる。図 3-

2.6.6-7 には、2種の鋼種に対する同一地域、同一時期における曝露結果を比較した例を示す。環境が同一でも、鋼材組織因子により腐食性は変化する。この異なる腐食要因、環境、組織などの鋼材腐食性に及ぼす影響を明確化し、必要に応じて母材開発にフィードバックするために高度な腐食解析技術が必要とされた。

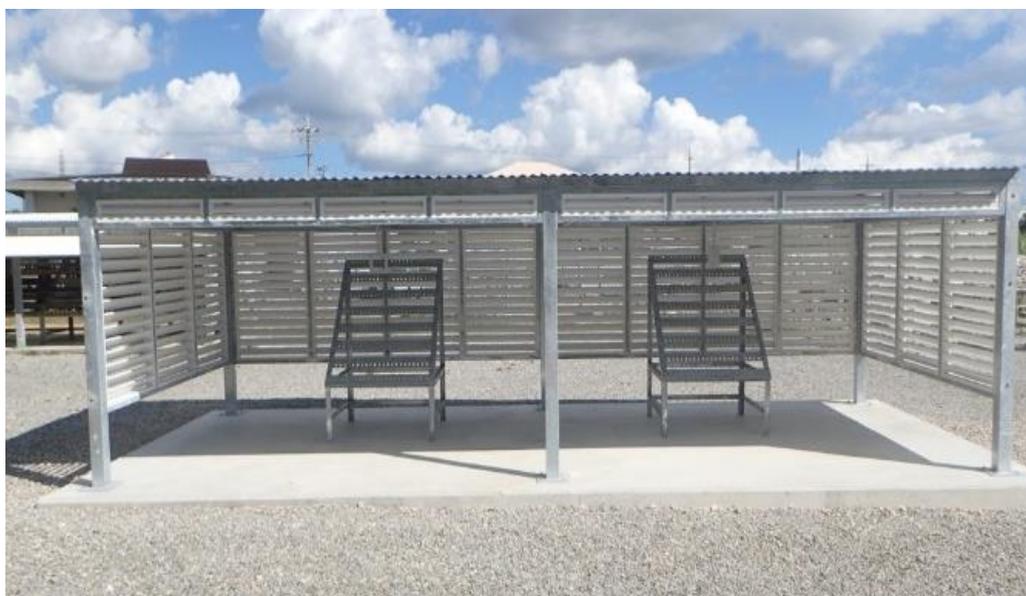


図 3-2.6.6-3 曝露試験場一例

表 3-2.6.6-4 鋼材 A の化学組成(mass%)

C	Si	Mn	P	S	Al	N	O
0.44	0.20	0.85	0.008	0.002	0.024	0.005	0.002

表 2-2.6.6-5 鋼材 B の化学組成(mass%)

C	Si	Mn	P	S	Al	N	O
0.39	1.31	2.01	0.010	0.002	0.04	0.0042	0.0008

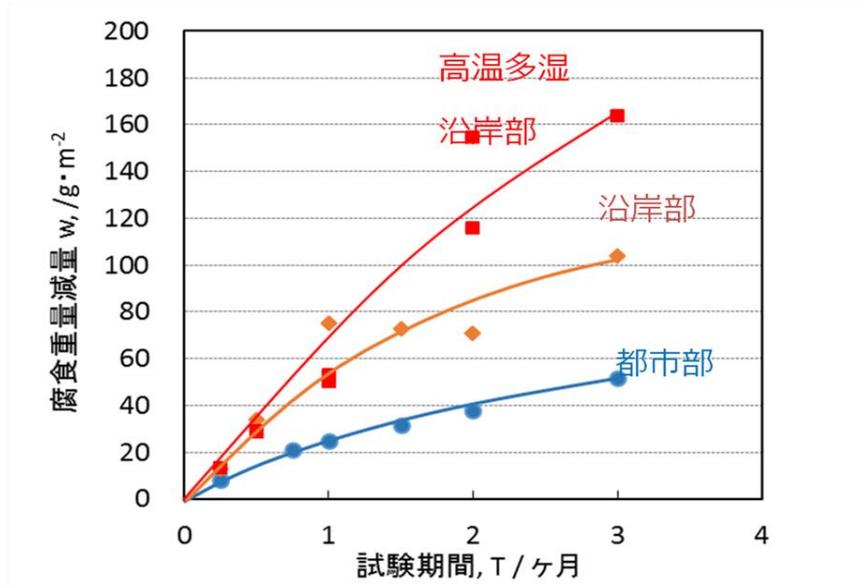


図 3-2.6.6-6 A 鋼曝露結果例

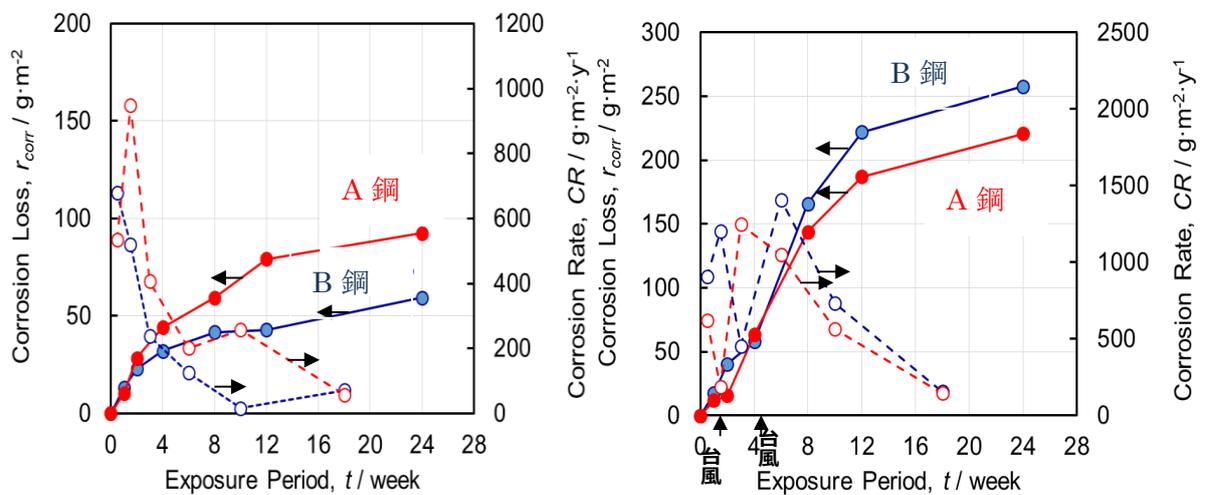


図 3-2.6.6-6 同一地域、同一期間における A 鋼、B 鋼曝露結果比較。左：都市部、右：高温多湿沿岸部

1.3.4 異相組織の腐食に及ぼす作用明確化技術開発：[再委託]東北大学

超高強度鋼板のもつ異相界面は非常に微細(数 μm 以下)であることから、腐食性に関連する電気化学特性はほとんど解明されていない。本研究では、サブミクロンからナノメートルオーダーの微小領域の耐食性を電気化学的に解析できる技術を開発することを目標として実施した。

第一段階として、フェライト-パーライト組織を評価対象として、既存のマイクロ電気化学システム(図 3-2.6.6-7)の高度化を進め、これまで以上の空間分解を達成し、サブミクロンオーダーへ到達(図 3-2.6.6-8)するとともに、最終目標へのハードルの高さを確認した。この時の腐食溶解は、セメントタイトに挟まれたフェライトラメラから始まったことが明らかとできた。フェライトラメラのサイズは $1\mu\text{m}$ を下回っており、サブ μm オーダーでの腐食起点、進展挙動のリアルタイム解析が実現できた。

第二段階では、これ以上の空間分解向上には SPM 技術導入不可避と判断し、高速 AFM(図 3-2.6.6-9)の導入、戦力化を進めた。その際、必要となった微小マスキング技術(図 3-2.6.6-10,11)を示す。これは、樹脂吐出装置と紫外線硬化型樹脂の組み合わせにより実現した高精細マスキングシステムとなる。微小電流制御ポテンシオスタット(図 3-2.6.6-12)の開発も進めた。結果、得られた高速 AFM による鋼材 B に対する測定例を図 3-2.6.6-13 に示す。中心付近矢印部は残留 γ 相に相当する。周辺部は自然浸漬により形態が変化しているのに対して、矢印部の形態はかわらない。微細組織の腐食性に関する情報が AFM の持つ空間分解能レベルで取得可能になった。

今後、各鉄鋼メーカーの開発する超高強度鋼板に対して、本開発技術を駆使することで、開発材の微視組織起因の腐食起点、進展挙動の解析が進むことが期待できる。

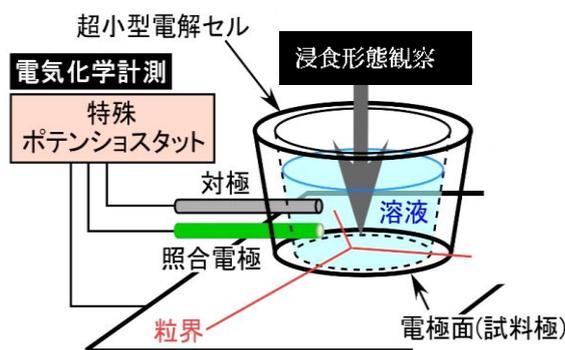
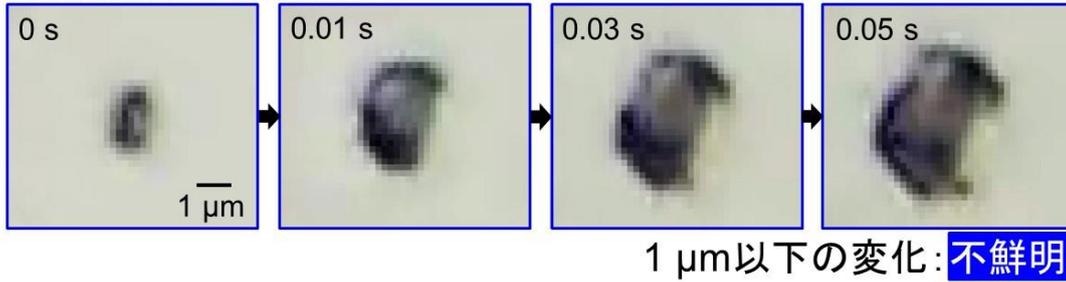


図 3-2.6.6-7 マイクロ電気化学システム模式図

光学顕微鏡系(従来系)



共焦点レーザー顕微鏡系

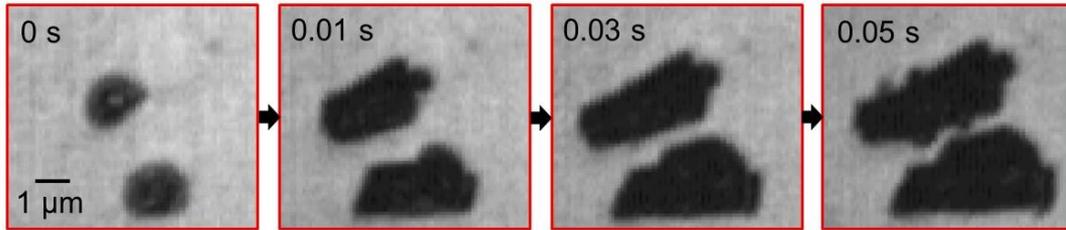


図 3-2.6.6-8 100mM の NaCl を含む pH 8.0 のホウ酸塩緩衝溶液中においてアノード分極中の孔食発生挙動観察結果 (鋼材 A 使用)。

- (上) 通常の光学顕微鏡使用。0.55V 付近で発生した孔食の成長挙動、
- (下) 共焦点走査型レーザー顕微鏡使用。0.9V における孔食成長挙動

マイクロ電気化学システムの進化 サブミクロンへ

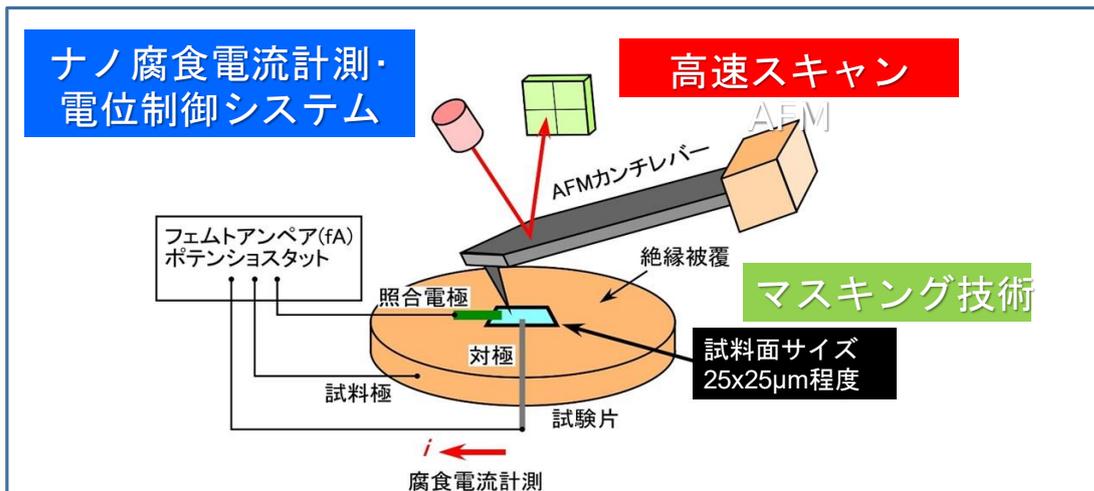
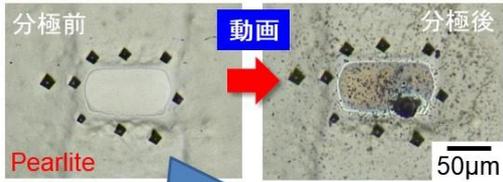
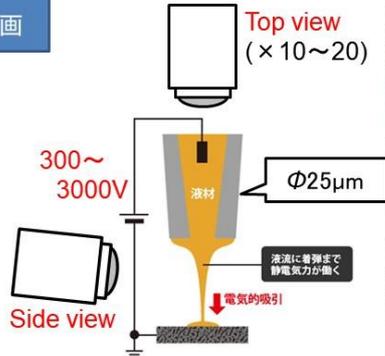
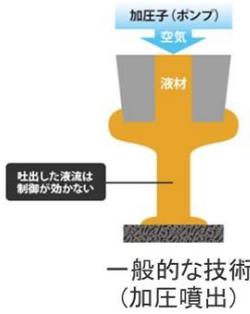


図 3-2.6.6-9 高速 AFM システムの導入

現状の電極面サイズ



【ポイント】
狙った位置の精密描画



本研究
静電噴出方式 Q-jet

エンジニアリングシステム(株)(<http://www.engineeringsystem.co.jp/automation/q-jet/>)

静電噴出技術によるマイクロ電極の
作製可否を検討

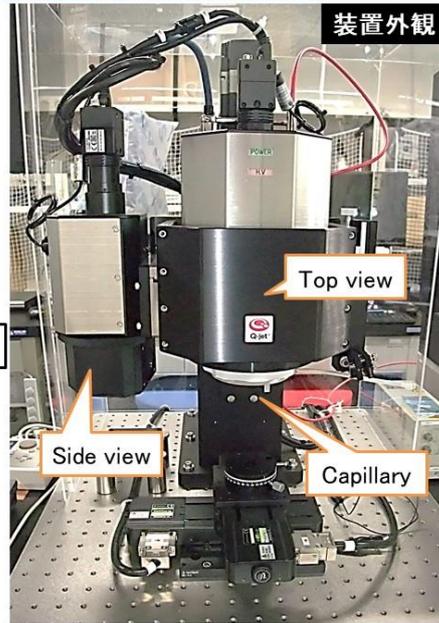
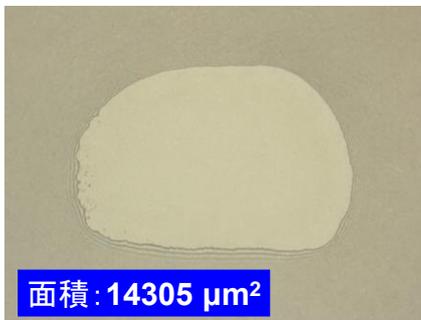
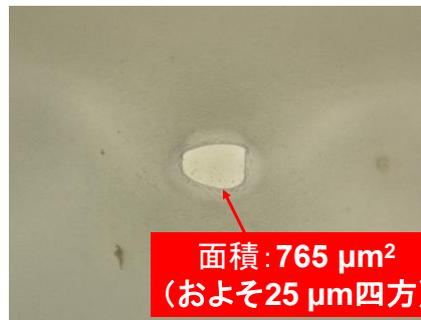


図 3-2.6.6-10 開発したマスキング技術

従来の電極面: 100 µm四方



本研究: 20~40 µm四方



電極面積: 従来の10分の1以下

50 µm

図 3-2.6.6-11 鋼材 B に対する、従来の試料電極面(左)と本技術開発で実現できた試料電極面(右)の比較

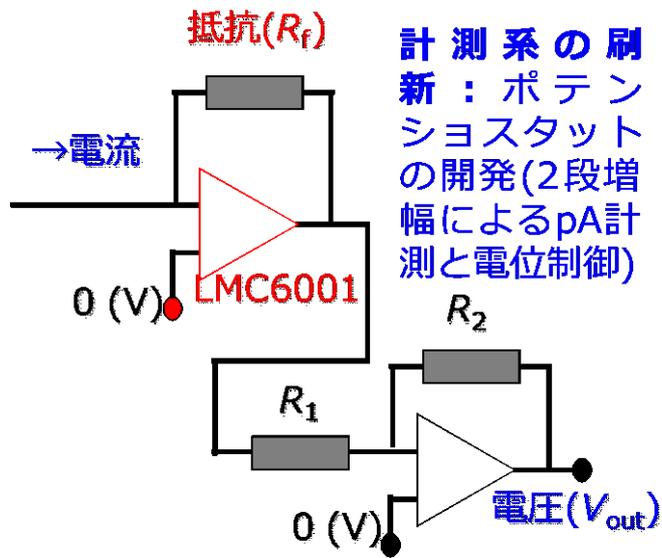


図 3-2.6.6-12 開発したポテンシostat回路例

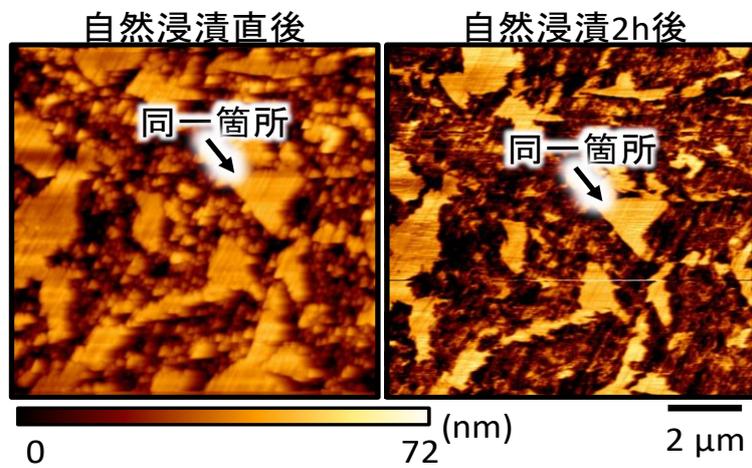


図 3-2.6.6-13 高速 AFM で取得された腐食中の鋼材 B の表面形態変化追跡例

1.3.5 異相組織腐食生成物のその場分析技術開発：[再委託]北海道大学

腐食電気化学反応の過程で形成される腐食生成物は、鋼材の腐食の進展に重要な役割を担う。特に超高強度鋼板においては、異相界面に特徴付けられる腐食挙動の発現や加速が懸念される。そこで本事業では、異相界面上での腐食電気化学反応に着目し、鋼材のマイクロ組織ごとの腐食生成物のその場分析技術を開発した。本開発技術を適用することで従前から使用されている腐食予測技術の高度化を推進する。本開発技術は腐食環境下、すなわち“その場”での腐食生成物特性の解析可能化を目標とするため、非破壊検査である分光分析技術（ラマン散乱分光法）および電気化学測定を駆使した物質・電荷移動特性把握技術（ICP-OES 法）の高度化研究を中心とし推進した。その過程で、“その場”解析で得られる分光スペクトルデータの解釈のためのスペクトルデータベースの拡充も進めた。

腐食生成物は、その後の腐食を増長もするし、抑制もする。鋼材直上に形成された腐食生成物、錆種によってその後の腐食への影響は変化する。鋼上に形成される腐食生成物の種類、電気化学特性、伝導特性をその微細組織対応させ理解することは、鋼の腐食性を理解する上では、重要な知見となる。

図 3-2.6.6-14 には、鋼材 A を中性溶液中に置いた時に形成される腐食皮膜の伝導特性の差異を明らかとした電気化学顕微鏡像と、光学顕微鏡像を示す。これらから、腐食電位おいた A 鋼直上に形成された腐食皮膜の電気化学反応に対する活性が微細組織ごとにことなることが確認された。その差異原因を解明するために試料を乾燥後、断面より TEM 観察した結果が図 3-2.6.6-15 である。

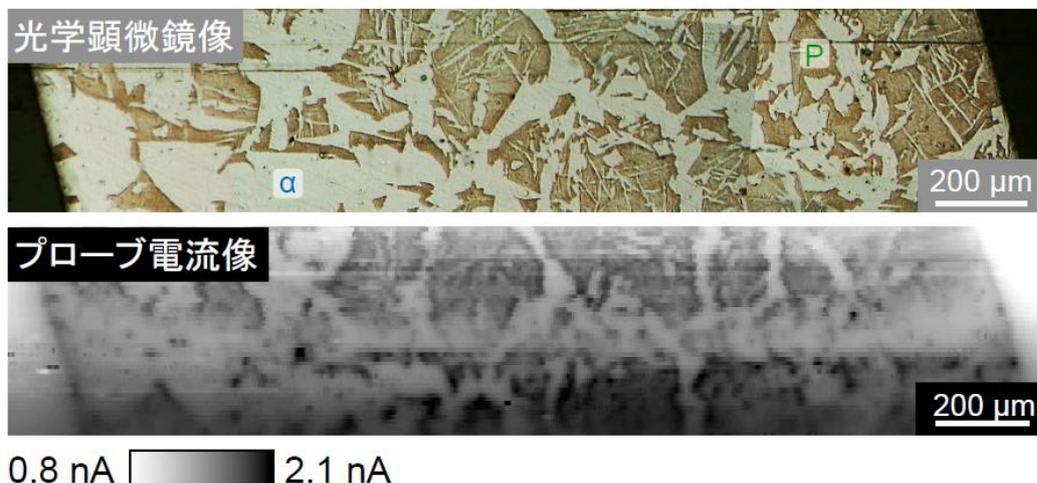


図 3-2.6.6-14 鋼材 A 不働態表面の (a) 走査型電気化学顕微鏡像、(b) 光学顕微鏡像。パーライト組織上で初析フェライト相上よりも大きな電気化学反応電流が観察されており、表面を覆う不働態皮膜の絶縁性には素地マイクロ組織が影響することがわかる。

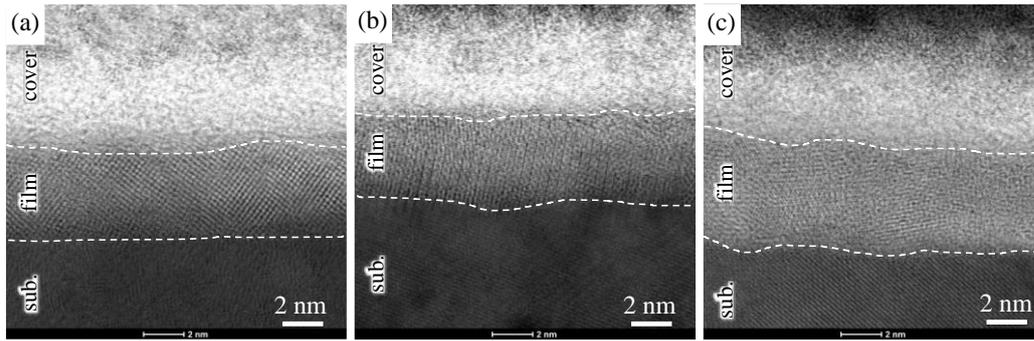


図 3-2.6.6-15 鋼材 A (a)初析フェライト相、パーライト構造の(b)フェライト相と(c)セメンタイト相) 不働態表面 FIB 加工断面試料の走査型透過電子顕微鏡像。a と b 同様に c も皮膜で覆われるが、この皮膜は a と b の皮膜に比べて厚いことがわかる。

電気化学顕微鏡で得られるプローブ電流像から、被膜の絶縁性は、フェライト相上にできる皮膜の方が、パーライト組織上にできる皮膜よりも高いことが明らかとなった。一方、TEM 観察結果からは、セメンタイト上の皮膜に組成、構造上の特徴があることが指摘された。このように、組織ごとに形成される腐食皮膜は、組成、構造、電気伝導性などにそれぞれ異なる特徴を持つことが反映している。組織ごとの皮膜構造を知ることは、皮膜を通じた腐食性を議論する上で重要な知見となる。そのような皮膜構造に関する知見を、腐食中の鋼材のその場分析から得ることができるよう、顕微ラマン装置(図 3-2.6.6-16)を導入した。本装置により、腐食環境—組織の腐食生成物(皮膜)に及ぼす作用が明確しやすくなり、それら皮膜存在下での鋼材腐食性の議論が活発になる。図 3-2.6.6-15 で示した腐食皮膜などを含め、環境毎に各鋼種表面にできる腐食生成物のスペクトルデータベースを作製を進めた。

① 大気腐食初期過程に形成する腐食生成物の*in-situ*追跡
(顕微ラマン導入により実現)

Raman顕微鏡 + 環境試験機



ラマンによる皮膜解析のベースデータ

② A鋼不働態皮膜の高精度解析

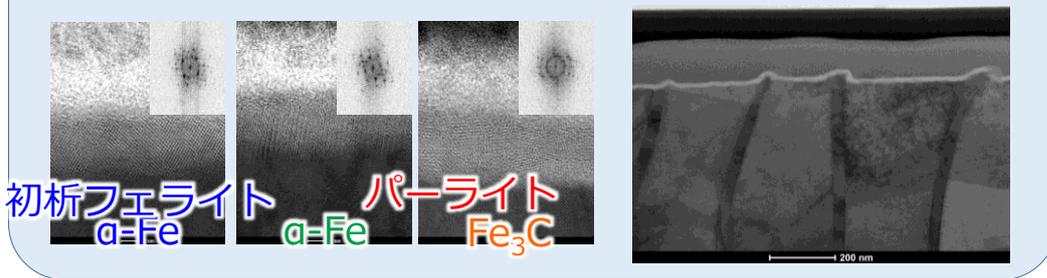


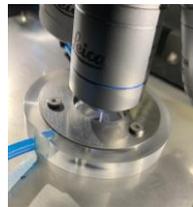
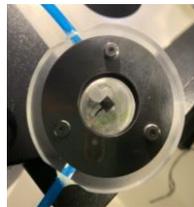
図 3-2.6.6-16 導入した顕微ラマン装置

北海道大学では、顕微ラマン装置を活用した腐食生成物解析技術の高度化に加えて、腐食の過程で溶液中に散逸する成分の定量解析も実現した。図 3-2.6.6-17 に導入された ICP-OES 装置と、開発された光学窓付き溶液フローセルを示す。本装置と顕微ラマン装置の組み合わせにより、腐食の結果、鋼板に堆積する成分をラマンで、散逸する成分を ICP-OES で評価することが可能となり、腐食過程のマスバランス解析が可能となり、今後、各メーカーで開発される鋼材の腐食性の議論が深まることが期待される。

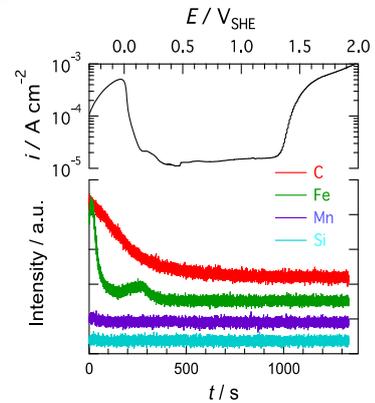
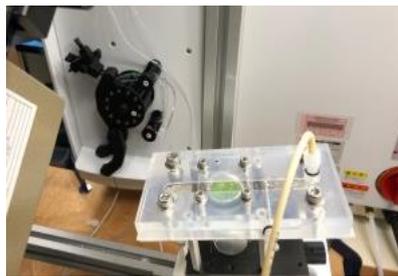
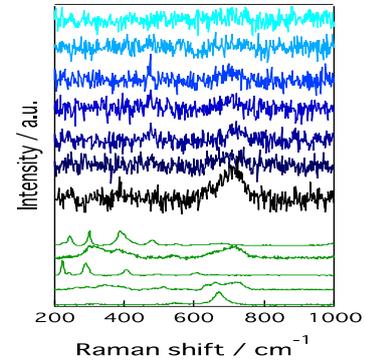
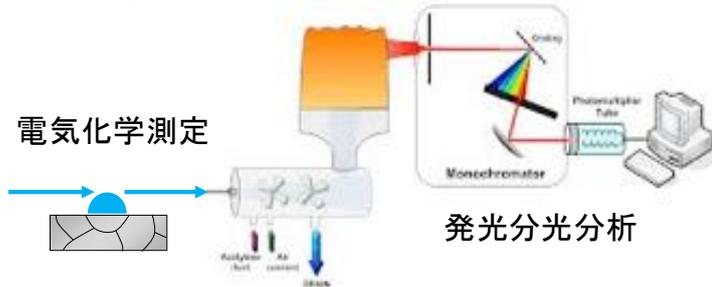
すでに何度も述べてきたように、腐食は環境との組み合わせで変化する。顕微ラマン装置下で、自然環境で進展する腐食挙動を再現し、解析することができれば、鋼材の腐食性議論にとって有益であろう。図 3-2.6.6-18 には、開発された塩分飛来量制御腐食セルを用いた腐食解析例を示す。A 鋼と B 鋼の腐食性の差異が本装置を用いて議論できる可能性が高い。

大気暴露試験結果との照合、組織依存性の解釈を行う。

ミクروسケールでの大気腐食初期過程の“その場”観察



腐食反応溶解生成物の“その場”測定



腐食生成物のex-situ解析 → in-situ解析の補足

- ・ EBSD 素地金属組織の評価
- ・ SAM 酸化物皮膜の化学組成解析
- ・ STEM 酸化物皮膜（膜厚、結晶構造、元素）の高精度解析
- ・ 顕微ラマン導入により、腐食生成物のin-situ追跡体制を確立
- ・ 解析のためのスペクトルデータベースの整備をすすめ、実環境皮膜の高精度解析環境を構築する

図 3-2.6.6-17 顕微ラマン装置と ICP-OES により展開される腐食研究

大気暴露試験結果との照合、組織因子毎の腐食特性の定量的な把握のため、各種組織の腐食生成物に与える影響の解析をすすめる

ミクロスケールでの大気腐食初期過程の“その場”観察技術を構築

組織因子×環境因子：環境の腐食への影響を実験室環境で精査

実施例：塩分飛来多い環境を想定

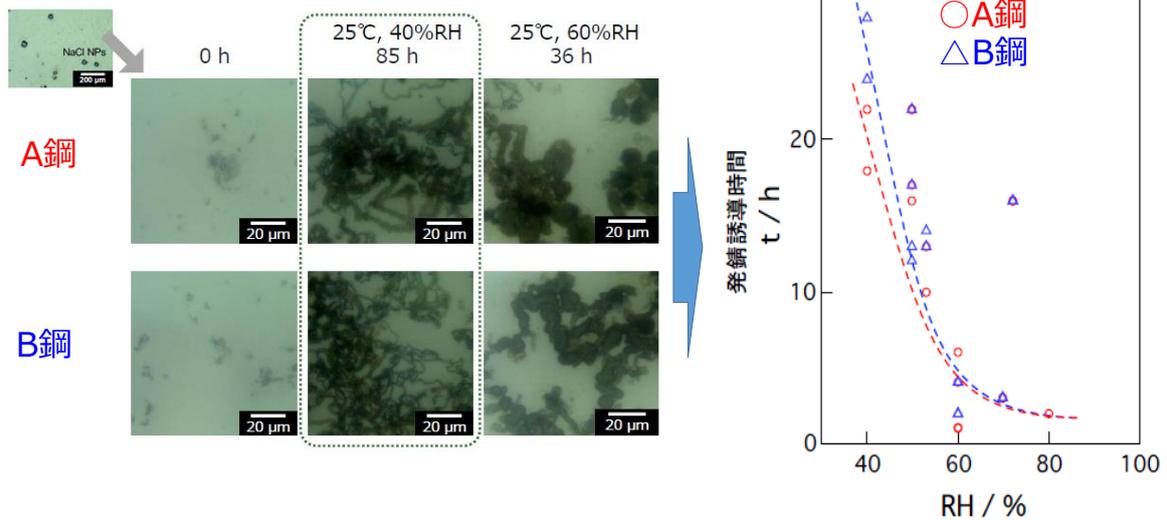


図 発錆誘導時間を検出

図 3-2.6.6-18 塩分飛来量制御腐食セル中に形成された腐食生成物のラマンによるその場分析例

1.3.6 ミクロ・ナノ異相組織を有する構造材料の腐食起点解析技術の開発 : つくば千現分室

つくば千現分室では、異相組織を有する構造材料における腐食起点の検出のための腐食電位計測技術を構築することを本テーマの目的として、特に KFM 法の腐食起点解析ツールとしての高度化を推進するとともに、マルチスケール化による測定範囲の拡大、適用環境として大気腐食環境への拡大を目指した。

共通試験片の腐食起点解析について、試料表面調整技術を検討（図 3-2.6.6-19,20）し、電位測定感度がよく、再現性のよいイオンミリングによる試料作製技術を確立（図 3-2.6.6-20）した。導入したマルチスケール腐食電位評価装置を用いて 10mV/nm の局所電位勾配が解析可能なことを確認（図 3-2.6.6-21,22）し、微細組織鋼の中の腐食起点となる組織因子の分布明確化技術を獲得した。

本解析技術と次項で述べる測定値共有化技術により、パーライト中のフェライト/セメンタイト相の異相界面について、元素分析（図 3-2.6.6-23）とともに、nm オーダーでの電位プロファイルを得ることに成功（図 3-2.6.6-24）し、この部位の異相界面の電位差が他の部分と比較して大きいことから、腐食の起点になりやすいことを明らかとできた。また、今回議論していないが、元素分析結果も活用することで、添加元素による腐食性の変化が議論できることも確認された。

凹凸像

電位像

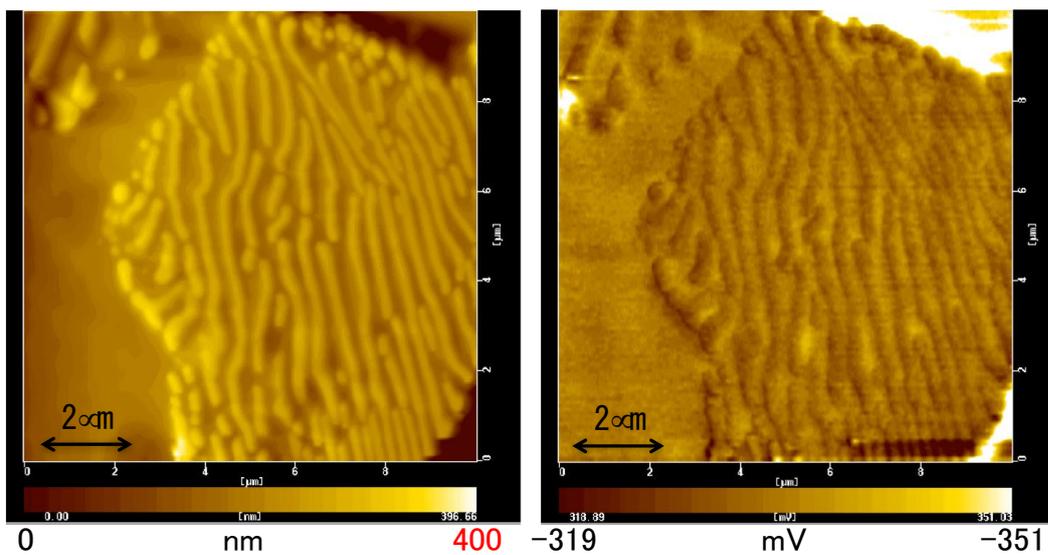


図 3-2.6.6-19 湿式エッチングにより得た試料に対する凹凸像（左）と電位像（右）

凹凸像

電位像

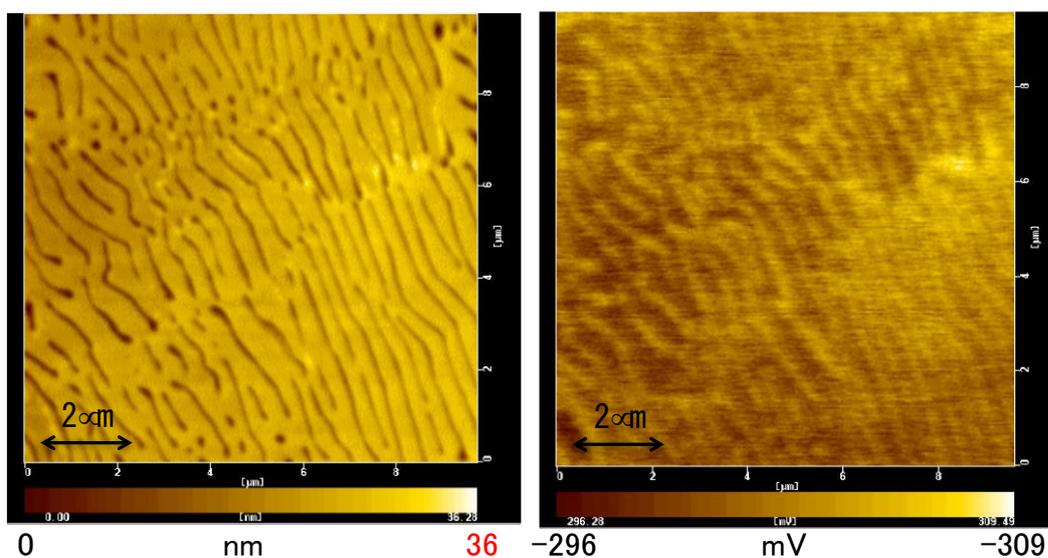


図 3-2.6.6-20 イオンミリングで得た試料に対する凹凸像（左）と電位像（右）

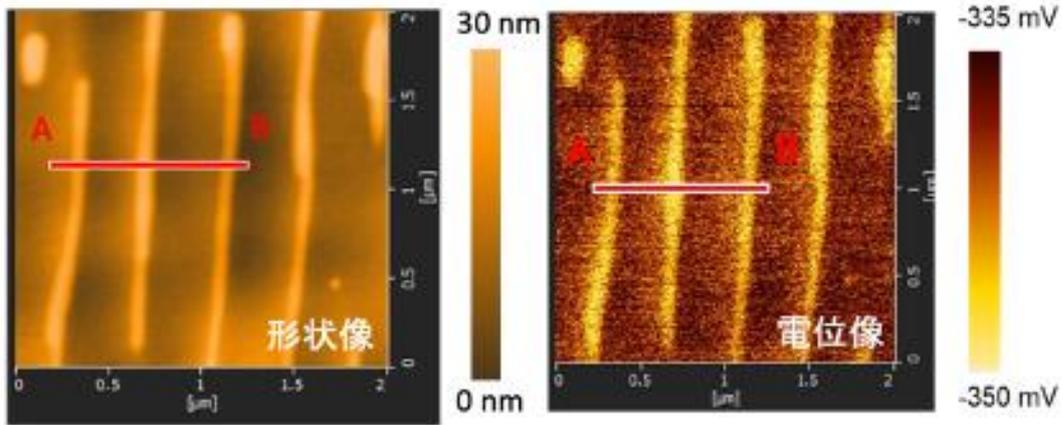


図 3-2.6.6-21 イオンミリングで得た試料に対する凹凸像（左）と電位像（右）

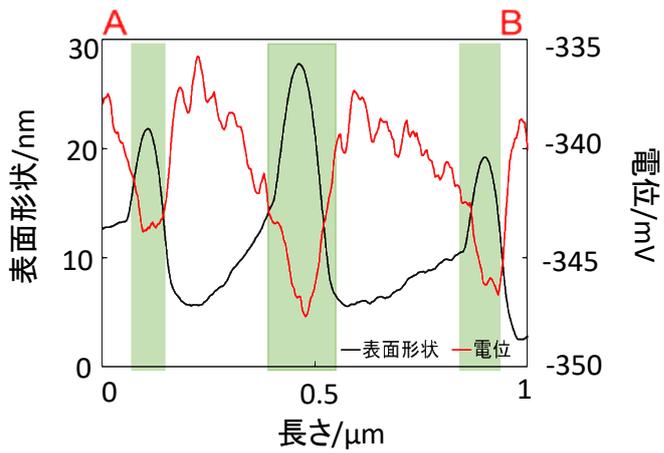


図 3-2.6.6-22 図 3-2.6.6-21 に示した試料の AB 間の断面プロファイル

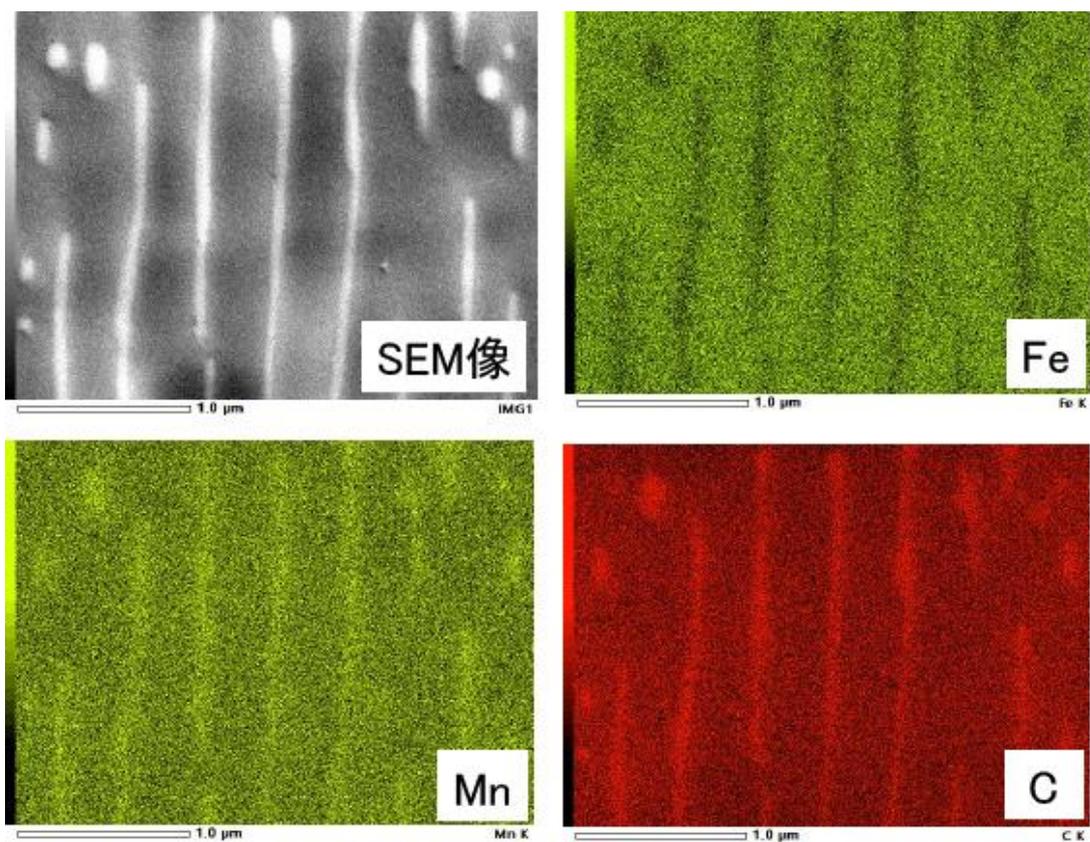


図 3-2.6.6-23 EDX 分析結果

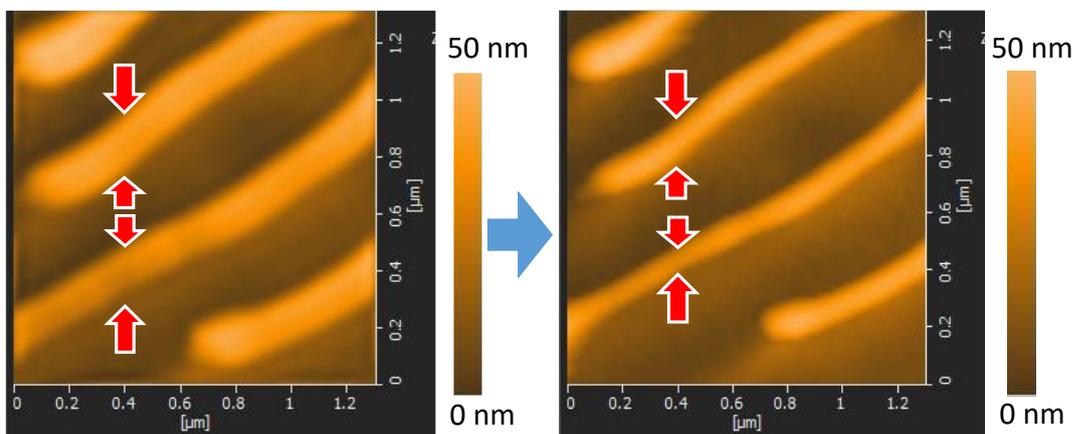


図 3-2.6.6-24 A 鋼の腐食試験前後での KFM 測定結果（形状像）

1.3.7 多拠点間分析位置共有化技術開発 : つくば千現分室他

材料メーカーごとに注目する組織因子が異なることから、評価解析位置を各企業（日本製鉄、JFEスチール、神戸製鋼所）－各研究拠点（物質・材料研究機構、東北大学、北海道大学）間で共有化できる技術が必要となる。本技術の実現が、各研究機関での開発技術の連携を実現し、各メーカーの開発する革新鋼板の腐食性評価と、必要に応じた母材改善研究を加速する。

本事業については、つくば千現分室が中心となり、評価解析位置を各分室、再委託先研究機関間で共有化するための多拠点間分析位置共有化技術を検討した。

本項目は、2019年度～2020年度にかけて開発を進めた。

具体的には、分析位置共有化技術をレーザーマーカによるマーキング位置を活用することで実現した。マーキングした試料の一例を図 3-2.6.6-25 に示す。図中、赤丸で囲った部分がマーキング部であり、数 μm の孔をレーザーで穿つことで測定箇所が特定できる。実際にマーキングした試料について、KFM 測定後、SEM 観察および EBSD 解析を行った結果を図 3-2.6.6-26 に示す。

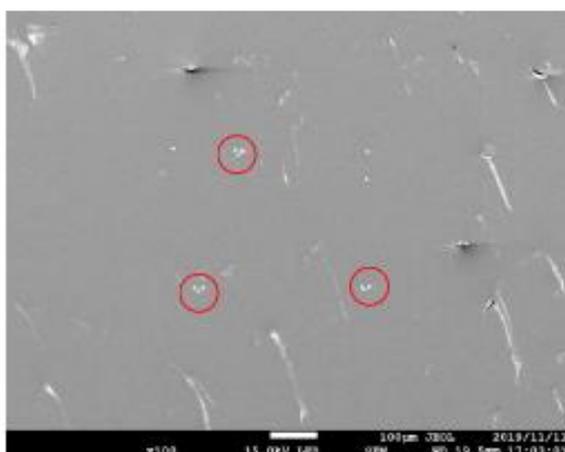


図 3-2.6.6-25 鋼材へのマーキング例

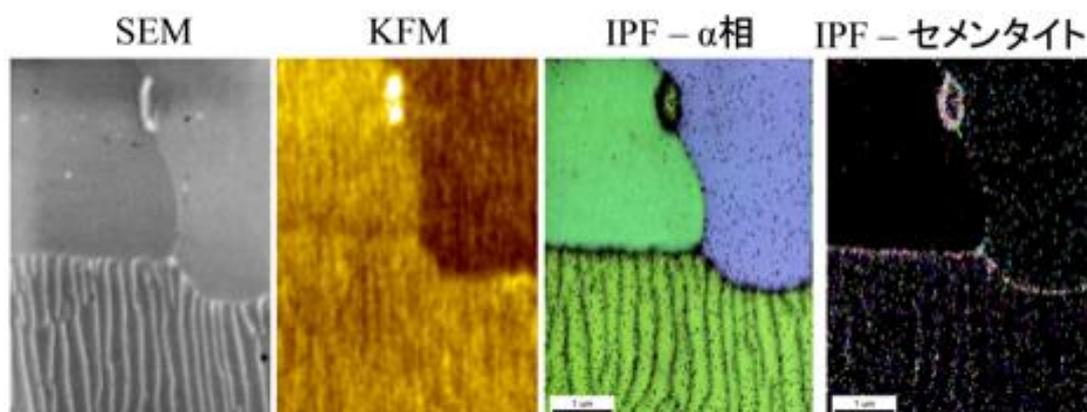


図 3-2.6.6-26 マーキングした試料を用いて KFM 測定，SEM 観察および EBSD 解析を行った結果

SEM 像において、初析フェライトとパーライトが観察されており、パーライト中のラメラ構造も明瞭である。KFM 測定により得られた電位像において、元々の観察エリアが大きかったため、解像度の影響によりパーライト中のラメラ構造は SEM 像ほど明瞭ではないが、ラメラ構造に対する電位分布は得られている。また、KFM の電位像から同じ初析フェライトでも表面電位が異なることが明らかにされた。これについては、EBSD の結果、それぞれの結晶方位の違いに起因することがわかった。結晶方位は仕事関数と相関があることが知られており、その結果と KFM による電位像との結果は良く一致した。セメントaitについて、EBSD の結果から本試料の場合、結晶性が低いことが示唆された。以上の結果から、レーザーマーカによるマーキングにより KFM 測定と SEM/EBSD 解析において、高精度の分析位置共有が可能となった。マーキングは、光学顕微鏡でも視認可能であるため、企業や研究拠点間で評価解析位置を共有化するための技術として有用である。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.6.6-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023 年 2 月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2017FY	0	0	2	0	0	0	0	0	0
2018FY	1	0	7	0	0	0	0	0	1
2019FY	3	0	7	0	0	0	1	1	1
2020FY	0	0	6	0	0	0	0	0	1
2022FY	1	0	0	0	0	0	0	0	0
合計	5	0	22	0	0	0	1	1	3

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）
なし

2.6.6.3 参考文献

なし

2.6.7 [テーマ番号 4 8] 「超高強度薄鋼板の水素脆化に関する研究基盤技術開発 (FS 研究)」 (2017 年度)

[テーマ番号 6 2] 「超高強度薄鋼板の水素脆化挙動評価技術の開発」 (2018 年度～2020 年度)

2.6.7.1 テーマの概要

(1) 背景と目的

鋼板の引張強度(TS)が 1180MPa を超えると自動車を使用される大気腐食環境でも、環境から鋼板中に侵入する水素により生じる遅れ破壊と呼ばれる水素割れが発生する可能性が生じる。自動車への TS1500MPa 級鋼適用には、水素割れ危険性を適切に評価、予測可能な技術が必要となる。水素割れ危険性評価に関する研究はボルト分野では種々あるが、塑性変形の影響を大きく受ける薄鋼板分野での検討は少なく、革新鋼板の水素割れ危険性の適切な評価、予測は現技術では困難である。そこで本研究では、革新鋼板の水素割れ危険性の適切な評価、予測を可能とする基本技術の開発を目的とする。

(2) 目標値

【中間目標 (2019 年度末)】

試験条件及び試験環境による応力、ひずみ及び水素分布の変化が高強度鋼板の水素脆化割れに及ぼす影響を明確化する。

【最終目標 (2020 年度末)】

数百 μm 以下のオーダーでマイクロな応力・歪・水素濃度分布を評価解析する技術を開発することで、革新鋼板の水素脆化割れ危険性を適切に評価する試験方法構築のための基本技術を確立する。

表 3-2.6.7-1 研究開発目標

研究開発項目	中間目標 (2019 年度末)	最終目標 (2020 年度末)	根拠
超高強度薄鋼板の水素脆化に関する研究基盤技術開発	応力、ひずみ及び水素分布の変化が高強度鋼板の水素脆化割れに及ぼす影響を明確化	水素脆化による割れ発生の危険性を適切に評価・予測可能な基本技術の確立	革新鋼板の水素割れ評価に適用

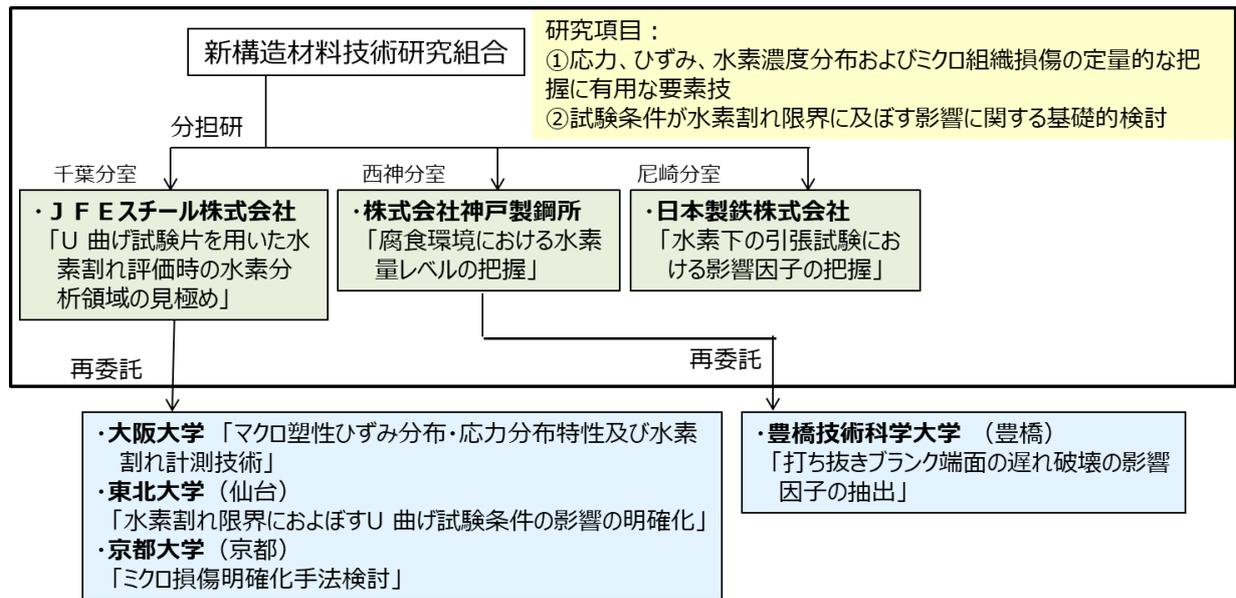
(3) 全体計画

研究開発項目	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022
超高強度薄鋼板の水素脆化に関する研究基盤技術開発		技術検討委員会	FS 研究(テーマ 48)			本研究(テーマ 62)		

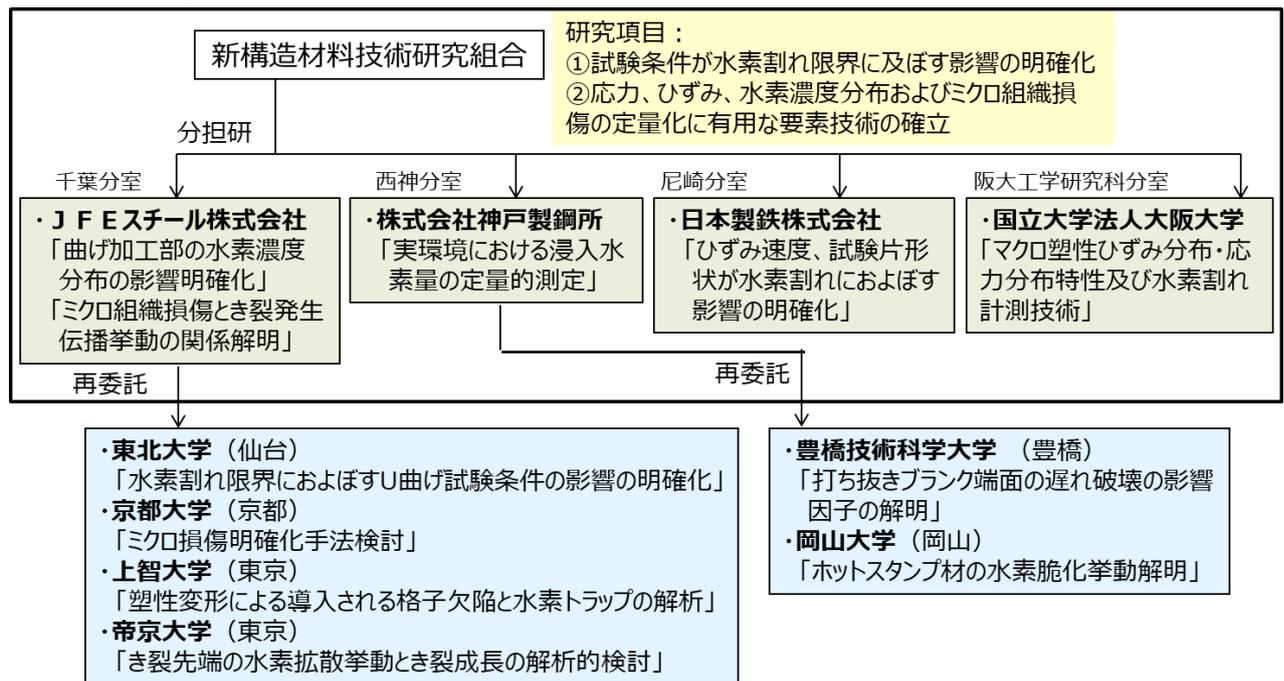
▲ : 基本原理確認、 ● : 基本技術確立

(4)実施体制

2017 年度



2018～2020 年度



(5)運営管理

実務者進捗会議を毎月開催し、再委託先との進捗会議を定期的を実施した。また、分担研及び再委託先の全体会議を2～3回／年開催した。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

各社で進めている革新鋼板の水素割れ評価、予測に適用する。

2.6.7.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.6.7-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成度※	未達の場合 原因と解決方針
超高強度薄鋼板の水素脆化に関する研究基盤技術開発	水素脆化による割れ発生の危険性を適切に評価・予測可能な要素技術の開発 (2020 年度)	数百 μm 以下オーダーでの応力・歪・水素濃度分布評価技術開発	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

TS1500MPa 級の「革新鋼板」実用化を目指し、超ハイテンで課題となる水素脆化感受性評価のために必要な要素技術開発を行い、以下の結果を得た。

【課題①】試験条件及び試験環境による応力、ひずみ及び水素分布の変化が水素脆化割れに及ぼす影響の明確化

【千葉分室 JFE スチール】

(1) 背景及び目的

水素割れ危険性の評価に関する研究はボルト分野では種々あるが、塑性変形の影響を大きく受ける薄鋼板分野での検討は少なく、革新鋼板の水素割れ危険性の適切な評価、予測は従来技術では困難であった。そこで、革新鋼板の水素脆化現象の適切な評価および理解に有効な実験法、解析法等の要素技術を検討するため、共通試料となる TS1500 MPa 級高強度薄鋼板を製造し各機関（分担研、再委託先）に配布した。共通試料を用い、試験条件が水素割れ限界に及ぼす影響に関する基礎的検討として、U 曲げ試験片を用いた水素割れ評価時の試験片内部の水素濃度分布を明らかにする技術を確立し、水素脆化割れにおよぼす U 曲げ試験片内部の水素濃度分布および応力、ひずみ分布の影響を明らかにすることを目的とした。

(2) 実験方法および結果

(2-1)共通試料の作製

本研究では、市販の SCM435 鋼を用いて TS1500MPa 級の共通試料を作製した。ミクロ組織の影響を評価するため、熱処理条件を変えてマルテンサイト鋼（M 鋼）とフェライトとマルテンサイトが混在する Dual phase 鋼（DP 鋼）の 2 鋼種をつくり分けた。市販の SCM435 の板厚と化学成分を表 2-3.6.7-3 に示す。板厚 6.0 mm の鋼板を先に使用していたが、材料が不足したため板厚 3.2 mm の鋼板を追加で準備して共通試料を作製した。

表 3-2.6.7-3 共通試料の板厚と化学成分

共通試料	板厚 (mm)	化学成分 (mass%)							
		C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	O
SCM435 (6.0t)	6.0	0.37	0.30	0.71	0.008	0.0038	1.00	0.17	<0.001
SCM435 (3.2t)	3.2	0.37	0.20	0.65	0.020	0.0044	0.98	0.16	<0.001

(2-1-1) マルテンサイト鋼の作製

表 3-2.6.7-3 に示す鋼を 880℃で 30 min 保持した後、空冷する焼きならし処理を実施した。その後オーステナイト単相域である 900℃で 15 min 保持した後に油焼き入れをする焼入れ処理をし、次いで 400℃で 30 min 保持した後に水冷をする焼戻し処理をした。熱処理は全てソルトバスで行った。熱処理後の鋼板を板厚 1.6 mm に両面研削したものを共通試料 (M 鋼) とした。なお、M 鋼は主に板厚 6.0 mm の鋼板を用いて作製した。

(2-1-2) DP 鋼の作製

表 3-2.6.7-3 に示す鋼を 880℃で 30 min 保持した後、空冷する焼きならし処理を実施した。その後フェライトとオーステナイトの 2 相域である 770℃で 30 min 保持した後に油焼き入れをする焼入れ処理をし、次いで 200℃で 30 min 保持した後に水冷をする焼戻し処理をした。熱処理は全てソルトバスで行った。熱処理後の鋼板を板厚 1.6 mm に両面研削したものを共通試料 (DP 鋼) とした。なお、DP 鋼は主に板厚 3.2 mm の鋼板を用いて作製した。

(2-1-3) 共通試料のマイクロ組織と機械的性質

図 3-2.6.7-1 に M 鋼と DP 鋼のマイクロ組織を示す。マイクロ組織観察は、圧延方向断面 (TD 面)、板厚 1/4 部について行った。腐食液はナイトール液 (1%硝酸アルコール)

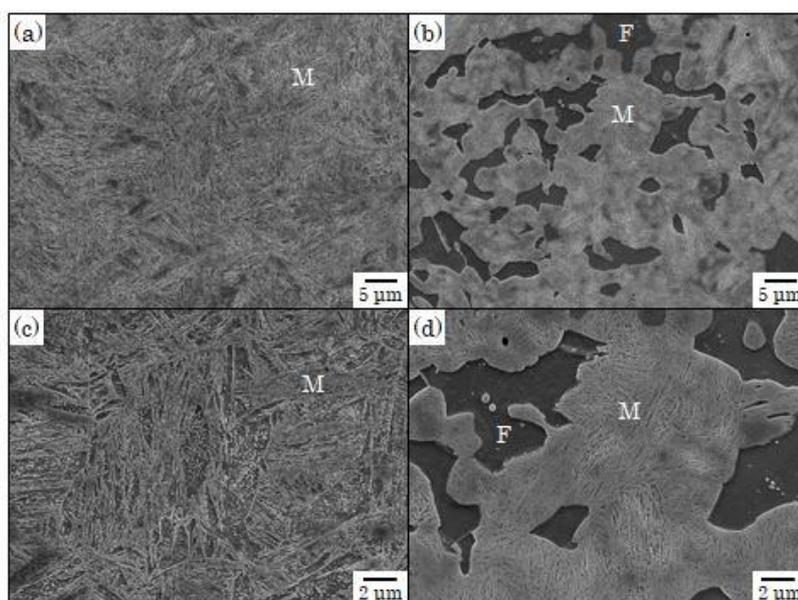


図 3-2.6.7-1 共通試料のマイクロ組織 (a, c) M 鋼, (b, d) DP 鋼.
(F: フェライト, M: マルテンサイト)

ル溶液；HNO₃, 1 cc + C₂H₅OH, 99 cc の混合液) を用いてマイクロ組織を現出させ、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察した。M 鋼のマイクロ組織はラスマルテンサイトに炭化物が析出した焼戻しマルテンサイトであった。DP 鋼のマイクロ組織はフェライトとマルテンサイトの 2 種類の組織からなり、フェライトの面積率はおよそ 20% であった。表 3-2.6.7-4 に M 鋼と DP 鋼の機械的性質を示す。引張試験片は、圧延方向に JIS5 号試験片 (GL: 50 mm、W: 25 mm) を採取し、n = 2 で JIS Z 2241 に準拠し、ひずみ速度 10 mm/min で引張試験を実施した。いずれの鋼も引張強さ (TS) が 1500 MPa 級であり、DP 鋼は M 鋼と比較して降伏強さ (YS) が低く、全伸び (El) および均一伸び (U-El) が

高かった。図 3-2.6.7-2 に M 鋼と DP 鋼の代表的な応力歪線図を示す。限界 U 曲げ半径は、せん断により圧延方向を長手として 100 mm×35 mm の試験片を採取し、幅を 35 mm から 30 mm まで両面均等研削加工 (▽▽▽仕上げ) を施したサンプルを U 曲げ加工試験に供して測定した。U 曲げ加工試験は油圧式のプレス機を用い、パンチとダイのクリアランスは板厚と等しい 1.6 mm とした。

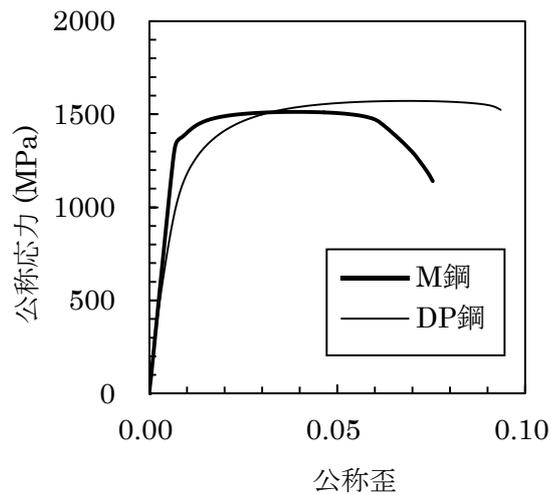


図 3-2.6.7-2 共通試料の代表的な応力歪線図

U 曲げ半径を 7.0 mm、8.0 mm、9.0 mm、10.0 mm と変化させて U 曲げ加工を行い、n = 3 で割れが生じなかった最小の曲げ半径を限界 U 曲げ半径とした。割れが発生しない限界 U 曲げ半径は M 鋼と DP 鋼でそれぞれ 8.0 mm、10.0 mm であった。

表 3-2.6.7-4 共通試料の機械的性質

共通試料	YS (MPa)	TS (MPa)	El (%)	U-El (%)	限界 U 曲げ半径 (mm)
M 鋼	1377	1508	7.4	4.0	8.0
DP 鋼	1007	1564	9.8	7.0	10.0

(2-2) 水素割れ試験方法

本研究では、U 曲げ・ボルト締め法、定荷重試験法の 2 種の手法を用いて水素割れ試験を実施した。

(2-2-1) U 曲げ・ボルト締め法

図 3-2.6.7-3 に U 曲げ試験片を用いた水素割れ試験片の作製手順を示す。M 鋼および DP 鋼から圧延方向を長手とする 110 mm×35 mm の短冊試験片を採取し、試験片長辺端面はせん断加工によるひずみの影響を除去するため、幅 30 mm まで片側 2.5 mm ずつ研削加工を施した。その後、M 鋼、DP 鋼ともに曲げ加工で割れが生じ

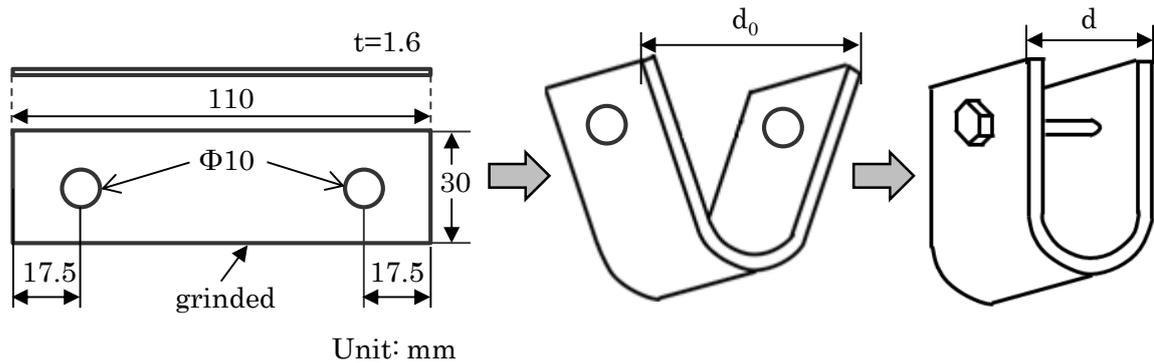


図 3-2.6.7-3 U 曲げ試験片を用いた水素割れ試験片の作製手順

ない U 曲げ半径 10 mm で U 曲げ加工をした。ひずみを与えてから水素割れ試験をするまでの時間の影響を無視できるようにするため、U 曲げ加工後に恒温炉を用いて 50℃で 96 h 保持した後に炉冷をする熱処理をした。その後、U 曲げ加工後の鋼板に対してボルトを締め付けることによって応力を負荷した。ボルト締込み量 d_b を式(1-1-1)で定義をした。

$$d_b = d_0 - d \quad (1-1-1)$$

ここで、 d_0 は U 曲げ加工後のスプリングバックのままの足と足の距離であり、 d はボルト締込み後の U 曲げ試験片の足と足の距離である。ボルト締込み量 d_b を 0～27 mm と変化させることによって応力を変化させた。ひずみ、応力を負荷した試験片を、25℃の浸漬液に 96 h まで浸漬し、破壊発生時間を測定した。浸漬液としてチオシアン酸アンモニウム水溶液にマッキルベイン緩衝液 W を 1:1 で混合したものを用いた。チオシアン酸アンモニウム (NH_4SCN) 5 g、クエン酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) 98.4 g、リン酸水素二ナトリウム (Na_2HPO_4) 578.0 g を水 20 L に溶解させ、 NH_4SCN の濃度を 0.05 mass%、溶液の pH が 6.0 になるように調製した。また、鋼中に侵入した水素量は、溶液浸漬後、割れが発生する U 曲げ頂点部から 5 mm の幅の分析用サンプルを切り出し、乾式研磨により表面が金属光沢となるまで研磨し、アセトンで超音波洗浄をしたのち、ガスクロマトグラフィーを利用した昇温分析装置（ジェイ・サイエンス・ラボ製 JTF-20AL）により、測定温度範囲：室温～300℃、昇温速度：200℃/h の条件で測定した。なお、水素チャージ終了後の試験片はただちに液体窒素中に保存し、液体窒素から取り出して分析開始までに要する時間は 20 min 以内とした。

(2-2-2) 定荷重試験法

水素割れ、水素侵入量におよぼすひずみの影響を調査するため、冷間圧延によってひずみを導入したサンプルを作製した。M 鋼、DP 鋼とする熱処理をした後の素材を板厚 2.8 mm に両面研削をした後に、冷間圧延によって圧下率 1～14%の圧延ひずみを与えた。その後、板厚 1.6 mm に両面研削をした後に、圧延方向を長手として図 3-2.6.7-4 に示す定荷重引張試験片を採取した。圧延ひずみを与えてから水素割れ試験

をするまでの時間の影響を無視できるようにするため、定荷重引張試験片に恒温炉を用いて 50℃で 96 h 保持した後に炉冷をする熱処理をした。その後、定荷重引張試験片の平行部を室温の浸漬液に浸漬させながら、定荷重試験機を用いて、定荷重引張試験片の平行部に 0~1400 MPa の応力を付与し、M 鋼は 96 h、DP 鋼は 24 h までの破壊発生時間を測定した。浸漬液は U 曲げ・ボルト締め法で使用したものと同様のものを使用した。また、鋼中に侵入した水素量は、定荷重試験後、平行部から 5 mm の幅の分析用サンプルを切り出し、乾式研磨により表面が金属光沢となるまで研磨し、アセトンで超音波洗浄をしたのち、ガスクロマトグラフィーを利用した昇温分析装置（ジェイ・サイエンス・ラボ製 JTF-20A）により、測定温度範囲：室温~400℃、昇温速度：200℃/h の条件で測定した。なお、水素チャージ終了後の試験片はただちに液体窒素中に保存し、液体窒素から取り出して分析開始までに要する時間は 20 min 以内とした。

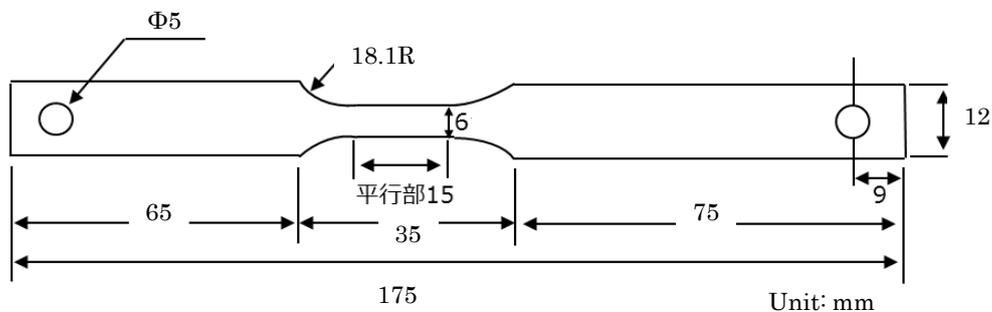


図 3-2.6.7-4 定荷重試験片寸法

(2-3) U 曲げ試験片内部の応力・ひずみ状態の FEM 解析

U 曲げ加工後、およびボルト締め後の U 曲げ試験片内部の応力・ひずみ状態を取得するため、有限要素法（FEM）を用いて解析した。

(2-3-1) FEM 解析条件 図 3-2.6.7-5 に示すような、U 曲げ試験片に対して U 曲げ加工、スプリングバック、締め込みを模擬したシミュレーションを実施した。U 曲げ後、スプリングバックした鋼板の残留応力と、ひずみを解析し、その後の締め付けにより付与される応力とひずみを解析した。解析には LS-DYNA を使用し、静的陰解法によ

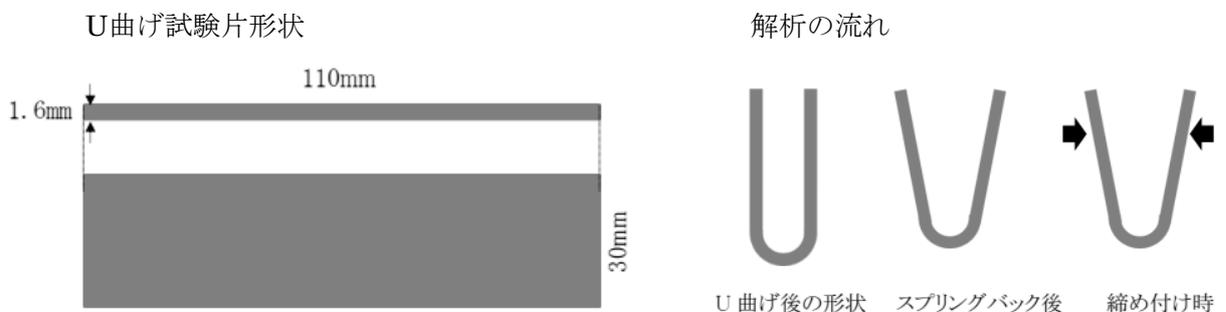


図 3-2.6.7-5 FEM 解析で用いた U 曲げ試験片形状と解析の流れ

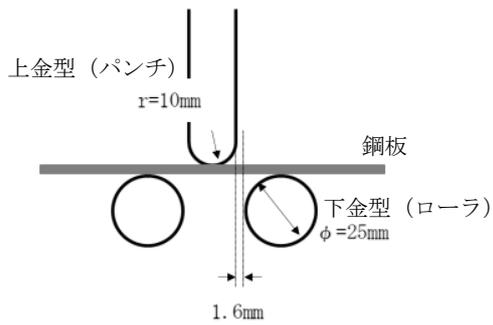


図 3-2.6.7-6 U 曲げ試験機寸法

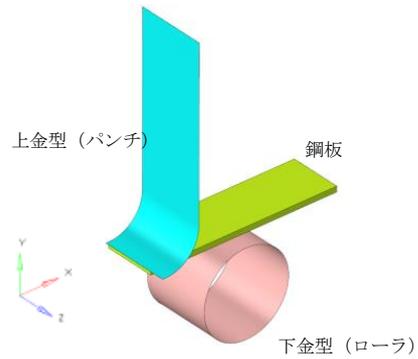


図 3-2.6.7-7 U 曲げ解析モデルの全体

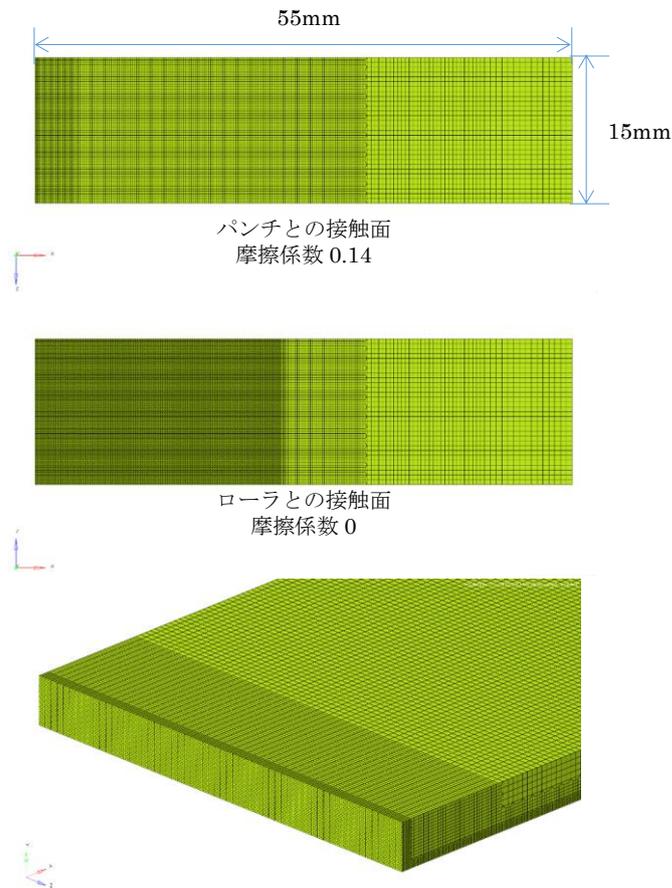


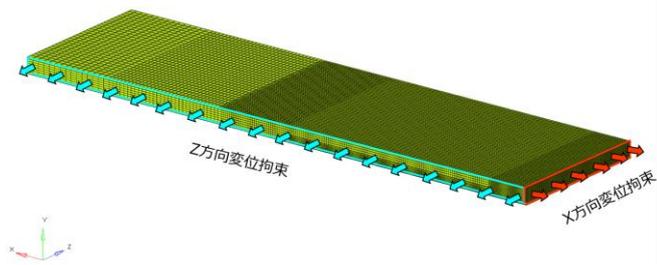
図 3-2.6.7-8 解析に使用した鋼板のメッシュ図および寸法

り解析を実施した。図 3-2.6.7-6 に示す寸法の上金型（パンチ）と下金型（ローラ）を有する U 曲げ試験機、および鋼板を解析対象とした。解析モデルは、対称性を考慮し、1/4 モデルとした。

図 3-2.6.7-7 に解析モデルの全体図を示す。図 3-2.6.7-8 に解析に使用した鋼板のメッシュ図、および寸法を示す。鋼板の要素数：324、480、節点数：355、327 のモデルである。また、板厚方向の最小メッシュは 0.05 mm、板幅方向の最小メッシュは 0.25 mm である。

(2-3-2) 境界条件

鋼板に付与する境界条件を、
図 3-2.6.7-9 に示す。鋼板の長
手方向中心を x 方向の変位を拘
束し、板幅方向中心を z 方向の
変位を拘束した。



(2-3-3) 物性条件

解析に使用した鋼板の物性条
件を表 3-2.6.7-3 および図 3-

図 3-2.6.7-9 鋼板に付与した境界条件

2.6.7-10 に示す。応力歪線図は、低いひずみ域は実験値を用い、それ以上は次の
Swift の式を用いた。

$$\sigma = a(b + \varepsilon_p)^N \quad (1-1-2)$$

ここで σ は相当応力、 a 、 b および N は材料定数であり、 ε_p は相当ひずみを示す。図
3-2.6.7-10 の赤い曲線が実験値であり、青い曲線が式(1-1-2)により算出した区間であ
る。M 鋼および DP 鋼の 2 種類の物性条件で解析を行った。なお、パンチとローラは
剛体として解析をした。

表 3-2.6.7-3 鋼板の物性条件

鋼	ヤング率 (GPa)	ポアソン 比	密度 (kg/m ³)	式(1-1-2)の材料定数		
				a	b	N
M 鋼	205	0.3	7800	1797	0.00282	0.0392
DP 鋼	205	0.3	7800	2077	0.09027	0.1124

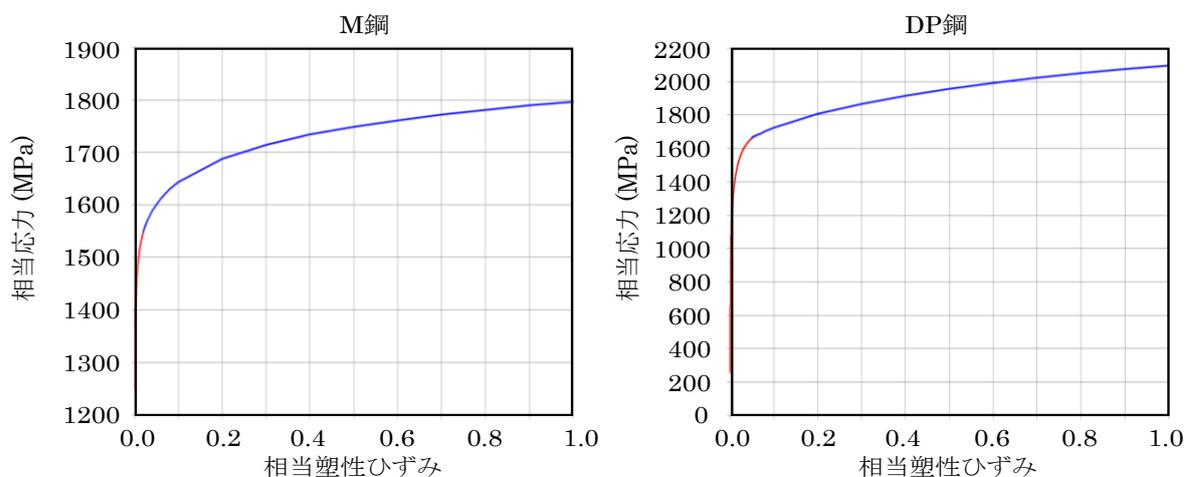


図 3-2.6.7-10 解析に使用した応力歪線図

(2-3-4) その他解析条件

前述のように、本解析では U 曲げ解析→スプリングバック解析→締め込み解析の順で実施した。U 曲げ解析では、パンチ降下速度：60 mm/min、鋼板／パンチの摩擦係数：0.14、鋼板／ローラの摩擦係数：0 として鋼板がローラから離れるまでを解析した。スプリングバック解析では、U 曲げ後の鋼板のスプリングバック解析を実施した。締め込み解析では、図 3-2.6.7-11 に示すように、ボルトが貫通する位置に強制変位を与え、鋼板の足と足が接触するまで解析を実施した。

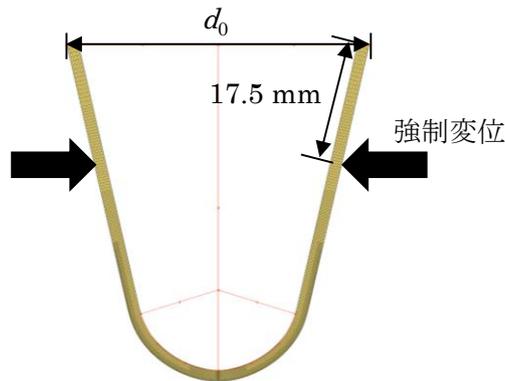


図 3-2.6.7-11 締め込み解析での締め込み位置

(2-3-5) U 曲げ試験片内部の応力・ひずみの状態

図 3-2.6.7-12、3-2.6.7-13 に M 鋼および DP 鋼のスプリングバック後の曲げ頂点からの板厚方向位置における曲げ方向応力と相当ひずみをそれぞれ示す。曲げ方向応力は曲げ頂点部で圧縮を示し、板厚中心に向かって応力が増加し、曲げ頂点部から約

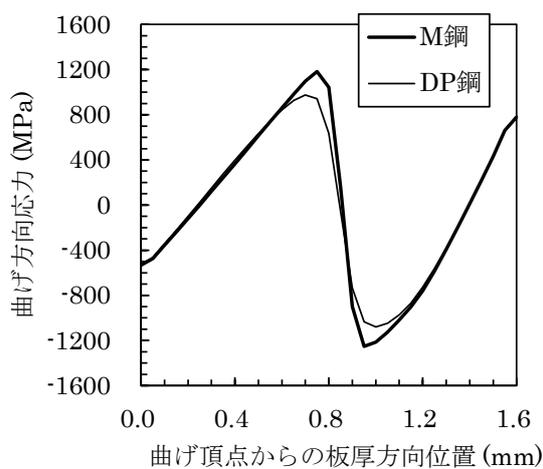


図 3-2.6.7-12 曲げ頂点部の板厚方向位置における曲げ方向応力分布

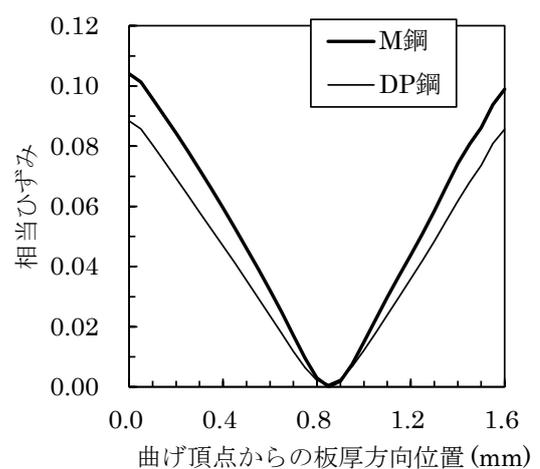


図 3-2.6.7-13 曲げ頂点部の板厚方向位置における相当ひずみ分布

0.8 mm 位置で極大値を取りその後減少し、約 0.9 mm 位置で極小値を取り、その後増加し鋼板の裏側では引張の応力を示した。スプリングバックの影響で複雑な応力状態となっていることが分かる。DP 鋼と比較して M 鋼の方が板厚中心部の応力が高い結果であった。これは M 鋼が DP 鋼と比較して降伏応力が高いためである。相当ひずみは曲げ頂点部および裏側が高く、板厚中心に向かうにしたがって線形的に低下し、板厚中心付近では 0 となる。DP 鋼と比較して、M 鋼の方が全体的に高いひずみとなる結果となり、曲げ頂点部の相当ひずみは、M 鋼と DP 鋼でそれぞれ 0.104 と 0.088 であった。曲げ加工によって導入される曲げ頂点部の相当ひずみは次式によって簡易的に計算することができる²⁾。

$$\varepsilon_p = \frac{t}{2R+t} \times \frac{2}{\sqrt{3}} \quad (1-1-3)$$

ここで、 t は供試鋼の板厚 (1.6 mm)、 R は曲げ内側の曲率半径 (10 mm) である。この式によれば、今回の実験の曲げ頂点部の相当ひずみは 0.086 となり、FEM で計算した DP 鋼の相当ひずみと近い値となる。M 鋼は式 (1-1-3) で計算すると曲げ R8 mm 相当の曲げ加工を受けており、R10 mm のパンチよりも小さい R で曲げられている。M 鋼は降伏応力が高く、加工硬化率が低いため、U 曲げ加工の途中でパンチの形状通りに鋼板が変形せず、曲げ頂点部で鋼板が金型から離れる現象が起きたと考えられる。

図 3-2.6.7-14、3-2.6.7-15、3-2.6.7-16 に M 鋼と DP 鋼のスプリングバック後のボルト締め時の縮込み量を変化させたときの曲げ頂点からの板厚方向位置における曲げ方向応力と相当ひずみをそれぞれ示す。いずれの鋼も、縮込み量が増加するにしたがい、曲げ表面の応力が上昇し、裏面の応力が低下した。また、いずれの鋼も縮込み量が 20 mm 以下では最もひずみが高い曲げ表面よりも板厚中央部の方が常に応力が高い状態であることが分かった。縮込み量が 25 mm までは相当ひずみに変化は無く、曲げ部が弾性変形していることが分かるが、縮込み量が 27 mm となるといずれの鋼も表面の相当ひずみが増加し、塑性変形が生じていることが分かった。

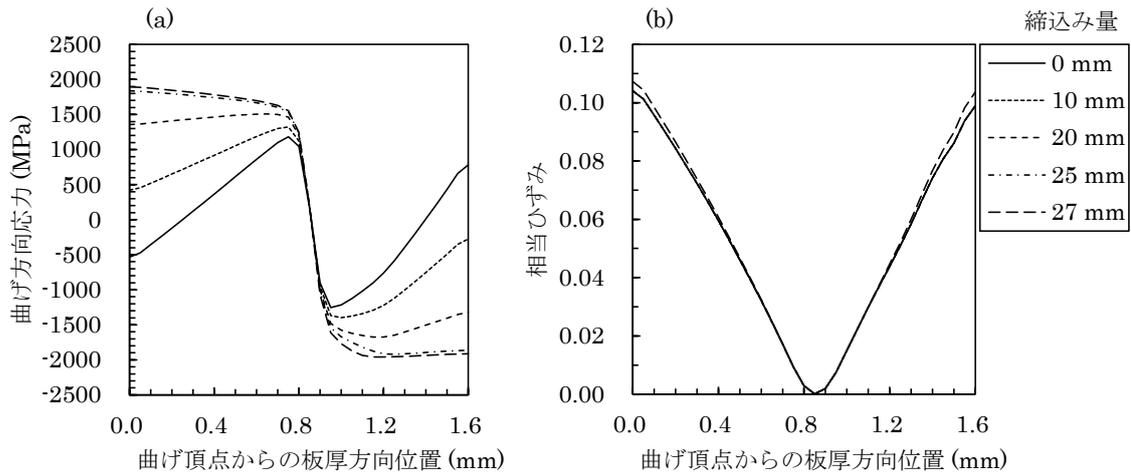


図 3-2.6.7-14 M 鋼の曲げ頂点部の板厚方向位置における(a)曲げ方向応力分布, (b)相当ひずみ分布と締込み量の関係

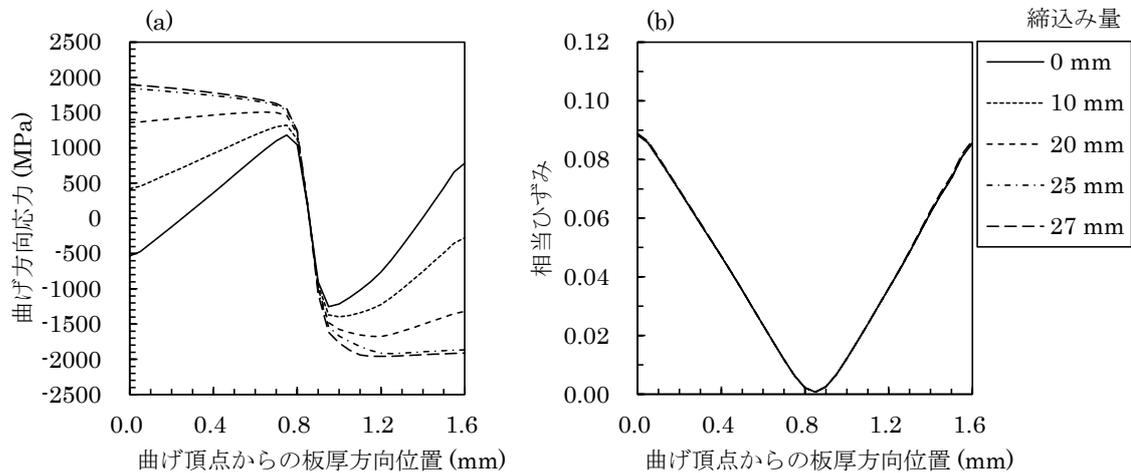


図 3-2.6.7-15 DP 鋼の曲げ頂点部の板厚方向位置における(a)曲げ方向応力分布, (b)相当ひずみ分布と締込み量の関係

図 3-2.6.7-17 に M 鋼と DP 鋼の締込み量と頂点の曲げ方向応力と相当ひずみの関係を示す。いずれの鋼もスプリングバック後は頂点に -500 MPa 程度の応力がかかっており、締込み量の増加に曲げ方向応力が線形に増加し、塑性変形が生じると応力の増加量が減少する傾向であった。応力の増加量は、いずれの鋼も締込み量 1 mm あたり約 94 MPa であった。

図 3-2.6.7-18 に締込み量と U 曲げ試験片全厚で最も曲げ方向応力が高い値と、その位置の相当ひずみを示す。M 鋼は DP 鋼

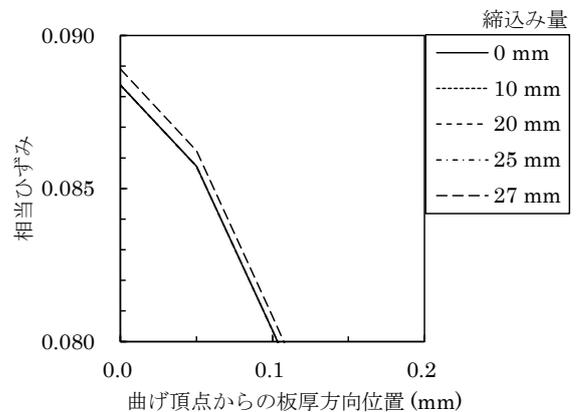


図 3-2.6.7-16 DP 鋼の曲げ頂点部の板厚方向位置における相当ひずみ分布と締込み量の関係 (拡大)

よりも降伏応力が高いため、スプリングバック後に板厚中央部に高い残留応力が生じており、最大応力が DP 鋼よりも締込み量 25 mm までは常に高いことが分かる。締込み量の増加にともない、応力最大箇所の相当ひずみが増加しており、これは応力最大箇所が曲げ頂点部に徐々に移動していることを示している。締込み量が 25 mm 以上となると応力最大箇所は曲げ頂点となる。

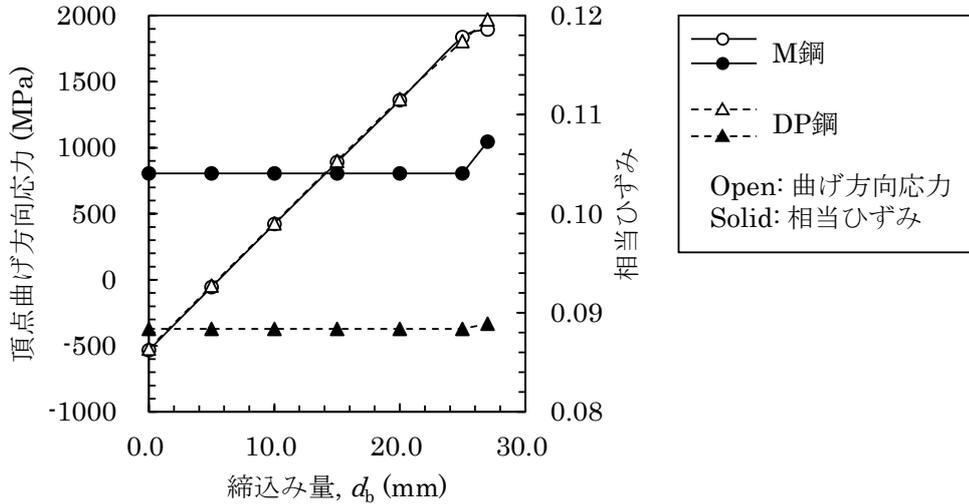


図 3-2.6.7-17 ボルト締込み量と表面曲げ方向応力，表面相当ひずみの関係

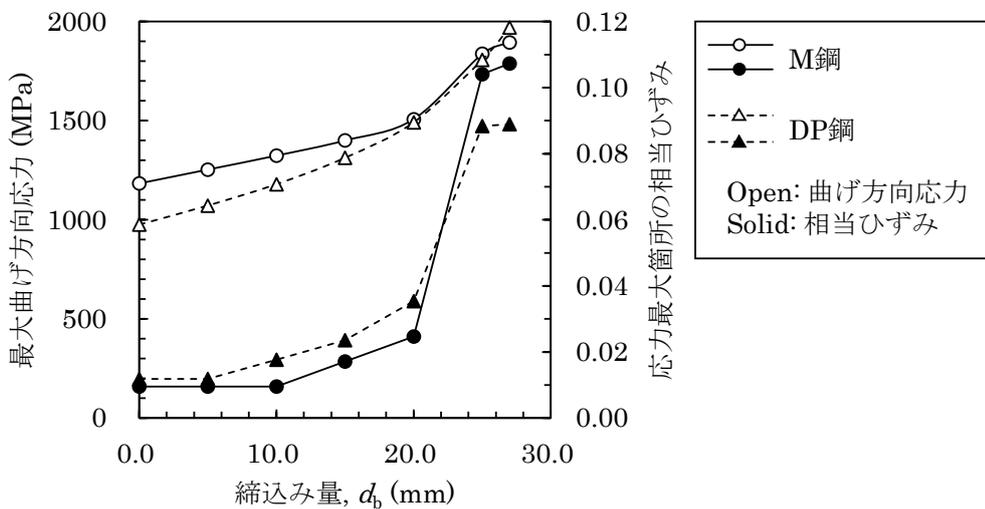


図 3-2.6.7-18 ボルト締込み量と最大曲げ方向応力およびその位置の相当ひずみの関係

(2-4) 水素割れ実験結果

(2-4-1) U 曲げ・ボルト締めによる水素割れにおよぼす応力の影響

図 3-2.6.7-19、3-2.6.7-20 にボルト締込み量を 5~27 mm とした M 鋼と DP 鋼の U 曲げ試験片を浸漬液に浸漬したときの破壊時間と表面の曲げ方向応力、試験片全厚での最大曲げ方向応力との関係をそれぞれ示す。水素割れが生じなかった U 曲げ表面の

限界曲げ方向応力は、M 鋼と DP 鋼でそれぞれ 890 MPa、666 MPa であった。また、水素割れが生じなかった試験片全厚での限界最大曲げ方向応力は、M 鋼と DP 鋼でそれぞれ 1400 MPa、1243 MPa であり、M 鋼の方が水素割れが生じにくい結果となった。いずれの鋼も応力が大きくなるにつれて破壊時間が短時間化するが、M 鋼では約 1800 MPa 以上の応力で破壊時間が長時間化する傾向が認められた。この理由については (2-4-3) 節で考察する。

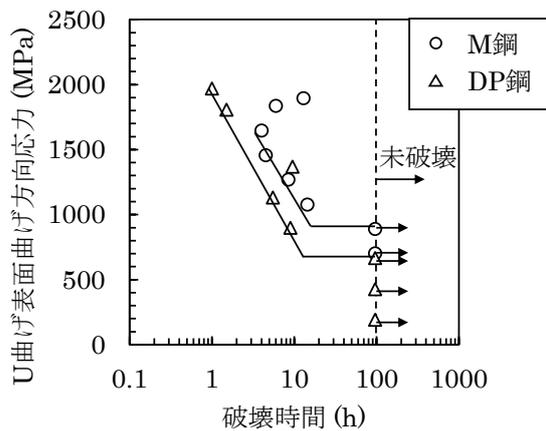


図 3-2.6.7-19 U 曲げ水素割れ試験片の浸漬液へ浸漬後の破壊時間と頂点曲げ方向応力の影響

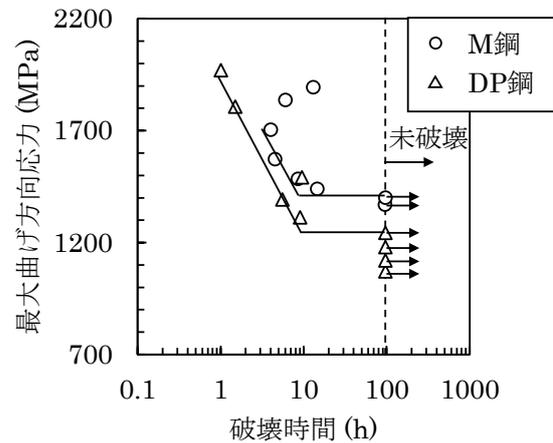


図 3-2.6.7-20 U 曲げ水素割れ試験片の浸漬液へ浸漬後の破壊時間と最大曲げ方向応力の影響

(2-4-2) U 曲げ試験片中の侵入水素量におよぼす浸漬時間と締め込みの影響

図 3-2.6.7-21 に U 曲げスプリングバック後の M 鋼の U 曲げ試験片を浸漬液に 24 h 浸漬した試験片と U 曲げスプリング後と 10 mm ボルト締め込み後の DP 鋼の U 曲げ試験片を浸漬液に 6 h および 24 h 浸漬した試験片の U 曲げ頂点部から採取したサンプルの水素放出曲線を示す。M 鋼には DP 鋼と比較してより多くの水素が侵入していた。また、DP 鋼では、U 曲げ試験片の締め込みの有無による侵入水素量の変化は認められなかった。一般に、200℃以下で放出される水素は水素脆化に影響をおよぼす拡散性水素と考えられていることから³⁻⁵⁾、本研究では、室温から 200℃までの積算値を拡散性水素量とした。

図 3-2.6.7-22 に U 曲げスプリングバック後の M 鋼の U 曲げ試験片と U 曲げスプリング後と 10 mm ボルト締め込み後の DP 鋼の U 曲げ試験片を浸漬液に浸漬したときの、U 曲げ頂点部に侵入した拡散性水素量と浸漬時間の関係を示す。いずれの鋼も浸漬時間 24 h で拡散性水素量が最も高く、それ以降は減少する傾向であった。図 3-2.6.7-23 に U 曲げスプリングバック後の M 鋼の U 曲げ試験片を浸漬液に 0~96 h 浸漬後の外観を示す。時間の経過とともに表面に腐食生成物が生じており、表面状態が変化することにより、水素侵入に影響をしたものと推定している。前節の U 曲げ・ボルト締めによる水素割れは全て浸漬開始から 14.5 h 以内に割れが発生しており、侵入水素量のピークは 10~15 h にあると考えられる。

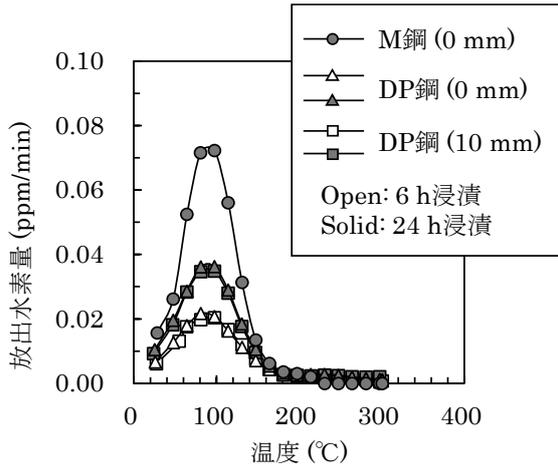


図 3-2.6.7-21 U 曲げ水素割れ試験片の浸漬液へ浸漬後の水素放出曲線

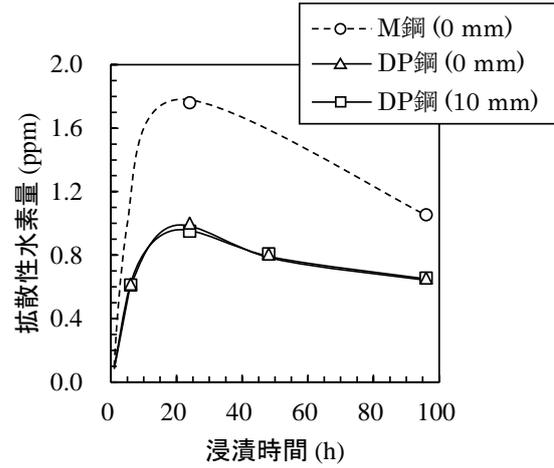


図 3-2.6.7-22 浸漬液への浸漬時間と U 曲げ水素割れ試験片の拡散性水素量との関係

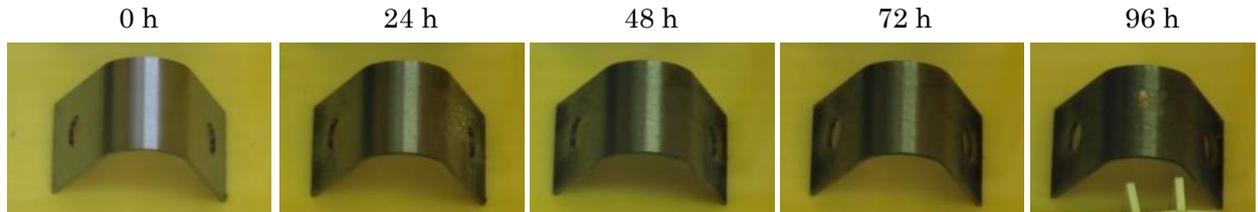


図 3-2.6.7-23 U 曲げスプリングバック後の M 鋼の U 曲げ試験片を浸漬液に 0~96 h 浸漬後の外観写真

侵入水素量がボルト締込みの影響を受けなかった理由は、本研究の水素分析値が板厚全厚の平均値であるためと考えられる。図 3-2.6.7-24 にボルト締込み量と FEM で計算した U 曲げ頂点部全厚の応力の積分値との関係を示す。締込み量の増加にともない応力の積分値は増加する傾向にあるが、その増加量は締込み量 1 mm あたり約 3 MPa であり、その増加量は表面の応力増加量と比較して約 1/30 と小さい。このため、スプリングバック後と 10 mm ボルト締込み後の U 曲げ試験片の浸漬液に浸漬後の侵入水素量に変化が無かったと考えられる。

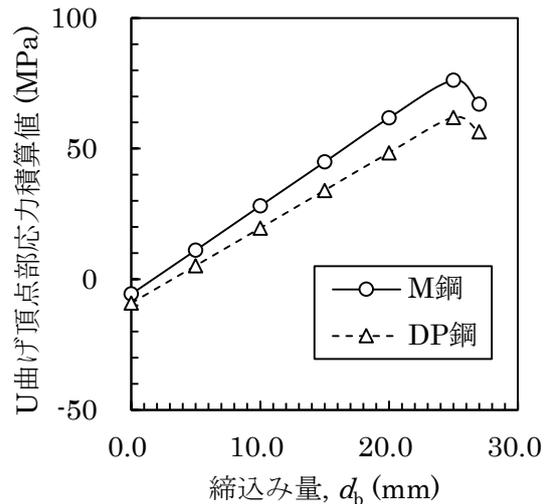


図 3-2.6.7-24 ボルト締込み量と U 曲げ頂点部の板厚全厚の応力積分値との関係

(2-4-3) 定荷重試験における水素割れにおよぼす応力、ひずみの影響

図 3-2.6.7-25 に冷間圧延によって相当ひずみ 0.017、0.090、0.18 付与した M 鋼および冷間圧延をしていない M 鋼（相当ひずみ 0.00）の定荷重試験片を浸漬液に浸漬したときの破壊時間と負荷応力との関係を示す。相当ひずみが高い試験片ほど、水素割れの発生が長時間化する傾向にあることが分かった。相当ひずみ 0.18 付与した試験片においては、1400 MPa の負荷応力でも水素割れの発生は生じなかった。

図 3-2.6.7-26 に冷間圧延によって相当ひずみ 0.010、0.087、0.144 付与した DP 鋼および冷間圧延をしていない DP 鋼（相当ひずみ 0.00）の定荷重試験片を浸漬液に浸漬したときの破壊時間と負荷応力との関係を示す。相当ひずみが高いほど、水素割れ発生時間が短時間化し、割れ発生負荷応力も低下する傾向であり、M 鋼とは逆の傾向を示した。

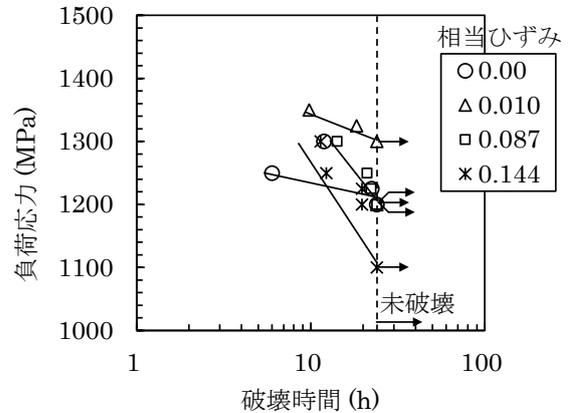
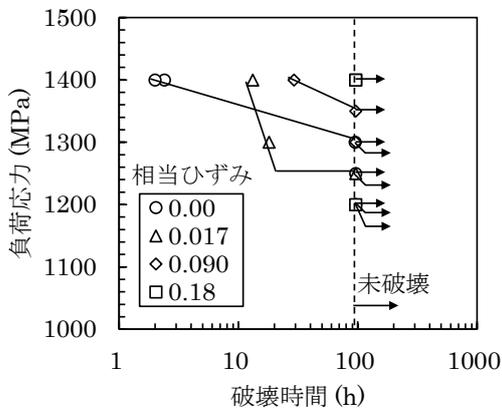


図 3-2.6.7-25 M 鋼の定荷重試験片の浸漬液への浸漬後の破壊時間への負荷応力と相当ひずみの影響

図 3-2.6.7-26 DP 鋼の定荷重試験片の浸漬液への浸漬後の破壊時間への負荷応力と相当ひずみの影響

図 3-2.6.7-27 に相当ひずみと水素割れが発生しない限界の負荷応力との関係を示す。M 鋼は相当ひずみ 0.017 で極小をとり、相当ひずみが高いほど割れ限界の負荷応力が高くなり、DP 鋼は逆に相当ひずみ 0.010 で極大をとり、相当ひずみが高いほど割れ限界の負荷応力が低くなる傾向であった。(2-4-1)節において、U 曲げボルト締込み後の M 鋼の U 曲げ試験片が 1800 MPa 以上の負荷応力のときに割れ発生時間が長時間化する傾向があった。これは、応力最大箇所が U 曲げ試験片の板厚中央のひずみが低い箇所から U 曲げ表面のひずみが高い箇所に移ったからであると考えられる。(2-3-5)の図 3-2.6.7-18 に示した U

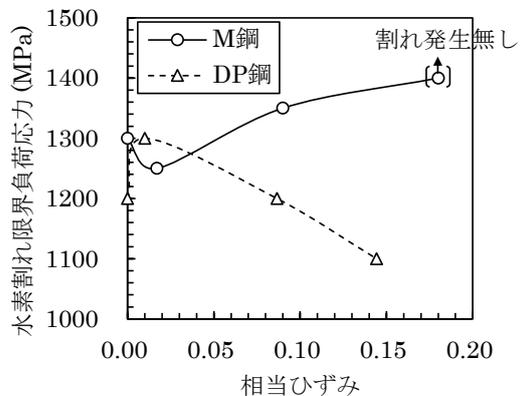


図 3-2.6.7-27 定荷重試験片の水素割れ発生限界負荷応力と相当ひずみの関係

曲げ試験片のボルト締込み量と最大曲げ方向応力とその位置における相当ひずみの関係では、曲げ方向応力が 1800 MPa 以上となるとその位置の相当ひずみは 0.10 を超える。定荷重試験において、M 鋼はひずみが高いほど水素割れ発生限界応力が高くなり、また水素割れ発生時間が長時間化した。U 曲げボルト締込み試験片においても、同様の現象が起きたと考えられる。

(2-4-4) 定荷重試験片中の侵入水素量におよぼす応力、ひずみの影響

図 3-2.6.7-28、3-2.6.7-29 に M 鋼と DP 鋼の定荷重試験片を 0~1200 MPa の負荷応力をかけながら浸漬液に 24 h 浸漬した後に定荷重試験片の平行部に侵入した拡散性と相当ひずみおよび負荷応力の関係を示す。いずれの鋼も負荷応力と拡散性水素量には線形な関係が認められた。図 3-2.6.7-30 に M 鋼、DP 鋼の負荷応力 0 MPa のときの相当ひずみと拡散性水素量の関係を示す。相当ひずみと拡散性水素量には対数関係が認められ、M 鋼と DP 鋼の拡散性水素量と相当ひずみの関係はそれぞれ次式で表すことができる。

$$H_M = 0.23 \ln(\varepsilon) + 2.43 \quad (1-1-4)$$

$$H_{DP} = 0.17 \ln(\varepsilon) + 1.98 \quad (1-1-5)$$

ここで H_M 、 H_{DP} はそれぞれ M 鋼、DP 鋼の拡散性水素量 (ppm)、 ε は相当ひずみである。上記式(1-1-4)、式(1-1-5)は相当ひずみのみを考慮した関係式だが、応力と拡散性水素量が線形関係であると仮定して、さらに応力の影響を考慮することで以下の式で表すことができる。

$$H_M = 0.213 \ln(\varepsilon) + 0.185\sigma + 2.28 \quad (1-1-6)$$

$$H_{DP} = 0.152 \ln(\varepsilon) + 0.220\sigma + 1.89 \quad (1-1-7)$$

ここで σ は負荷応力 (GPa) である。ただし、これらの関係式は本研究で用いた浸漬液に 24 h 浸漬して鋼に水素チャージをした場合にのみ適用できる。他の条件で水素を鋼にチャージする場合は、条件毎に本研究で実施した手法で実験をする必要がある。

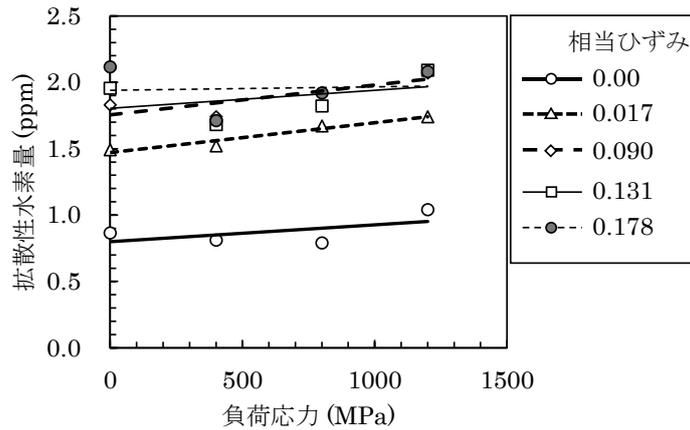


図 3-2.6.7-28 M 鋼の定荷重試験片を浸漬液に 24 h 浸漬後の負荷応力と相当ひずみの拡散性水素量への影響

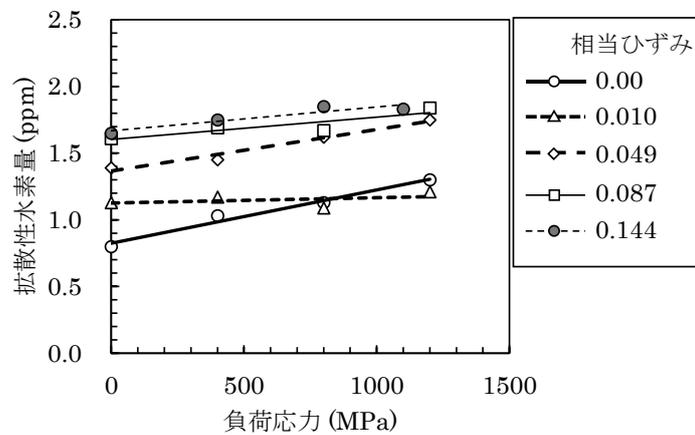


図 3-2.6.7-29 DP 鋼の定荷重試験片を浸漬液に 24 h 浸漬後の負荷応力と相当ひずみの拡散性水素量への影響

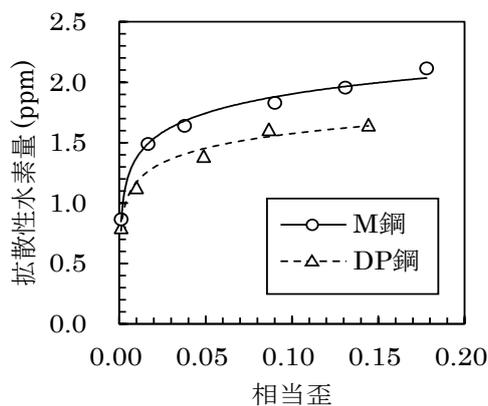


図 3-2.6.7-30 定荷重試験片を浸漬液に 24 h 浸漬後の相当ひずみと拡散性水素量との関係 (負荷応力 0 MPa)

(2-5) U 曲げ試験片の曲げ加工部の水素濃度分布および割れ発生危険箇所

(2-5-1) U 曲げ試験片の曲げ加工部の水素濃度分布

図 3-2.6.7-31 に式(1-1-6)を用いて計算した M 鋼の板厚全厚の拡散性水素濃度分布と U 曲げ締込み量の関係を示す。応力が高いほど、また相当ひずみが高いほど拡散性水素量は多くなるため、締込み量 0 mm では U 曲げ後のスプリングバックによって引張の残留応力が生じている鋼板の裏面が最も水素量が多い。また、応力、相当ひずみともに低い板厚の中央部が最も水素量が少ない。締込み量が増えると鋼板表面の水素量が増えていく一方で裏面の水素量は減少していく。締込み量 25 mm までは塑性変形が生じず相当ひずみは一定であることから、締込み量 25 mm までの水素量の変化は締込みによる応力の変化に対応している。

図 3-2.6.7-32 に式(1-1-7)を用いて計算した DP 鋼の板厚全厚の拡散性水素濃度分布と U 曲げ締込み量の関係を示す。水素濃度分布は M 鋼と同様の傾向を示しており、M 鋼と比較して水素量が全体的に低い結果であった。

計算した拡散性水素量の精度を検証するため、U 曲げ試験片を浸漬液に 24 h 浸漬後に U 曲げ頂点部からサンプルを採取して測定した拡散性水素量との比較をした。図 3-2.6.7-33 に計算した M 鋼、DP 鋼の板厚全厚の平均拡散性水素量と、実際に浸漬液に 24 h 浸漬後の U 曲げ頂点部からサンプルを採取して測定した拡散性水素量と締込み量の関係を示す。拡散性水素量の計算値と実測値には約 0.2 ~ 0.3 ppm の誤差があるものの、締込み量によって板厚全厚の平均拡散性水素量が増える傾向を計算により再現できた。今回、拡散性水素量におよぼす応力の影響を定荷重試験によって測定しているため引張の応力の影響しか測定できていない。計算の精度を高めるためには、圧縮の応力の影響も評価できるようにする必要があると考える。

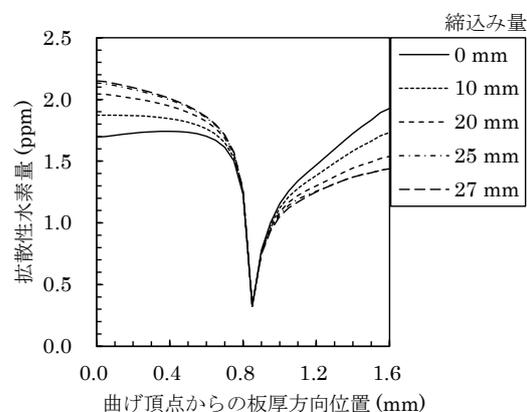


図 3-2.6.7-31 U 曲げ試験片のボルト締込み量と式(1-1-6)を用いて計算した M 鋼の板厚全厚の拡散性水素濃度分布の関係

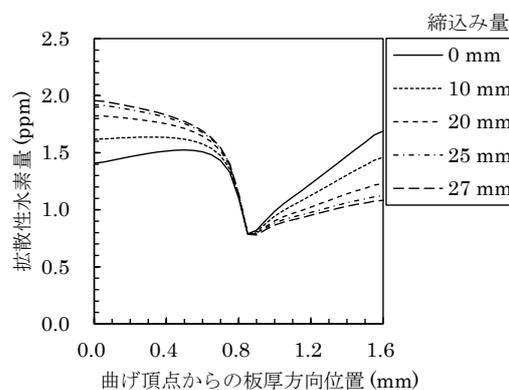


図 3-2.6.7-32 U 曲げ試験片のボルト締込み量と式(1-1-7)を用いて計算した DP 鋼の板厚全厚の拡散性水素濃度分布の関係

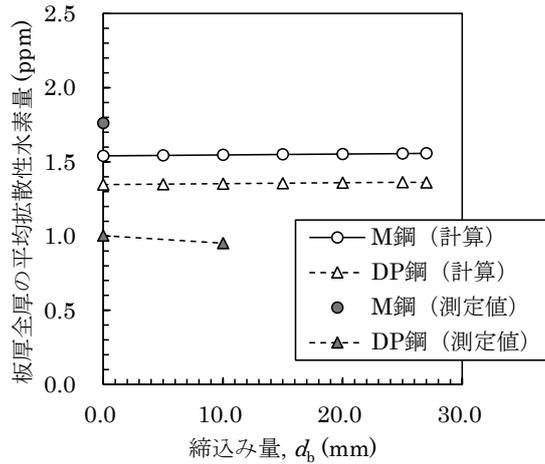


図 3-2.6.7-33 U 曲げ水素割れ試験片の浸漬液へ 24 h 浸漬後の板厚全厚の拡散性水素量と締込み量の関係

(2-5-2) U 曲げ試験片の水素割れ発生危険箇所

U 曲げ・ボルト締めによる水素割れの評価では、M 鋼はボルト締込み量 17 mm、DP 鋼はボルト締込み量 15 mm で割れが発生した。図 3-2.6.7-34 に M 鋼のボルト締込み量 17 mm のときの曲げ頂点部の板厚方向位置における曲げ方向応力、式(1-1-6)を用いて計算した拡散性水素量および定荷重試験で水素割れが発生した応力を示す。なお、ボルト締込み量 17 mm では締込みによる塑性変形は生じていないので、相当ひずみ分布は図 3-2.6.7-13 と同じである。定荷重試験は冷間圧延により種々の相当ひずみを付与して割れ発生応力を測定しており、割れ発生位置は相当ひずみと対応させている。ボルト締込み量 17 mm では、U 曲げ試験片の板厚中央部が最も応力が高く、その位置では定荷重試験で測定した水素割れ発生応力を超えていることが分かる。図 3-2.6.7-35 にボルト締込み量 17 mm で水素割れが発生した試験片の曲げ部からサンプルを採取した断面の SEM 像を示す。水素割れ破面から約 1.6 mm 離れた板厚中央部に内部割れが観察された。また、この内部割れは曲げ部に周期的に存在していた。

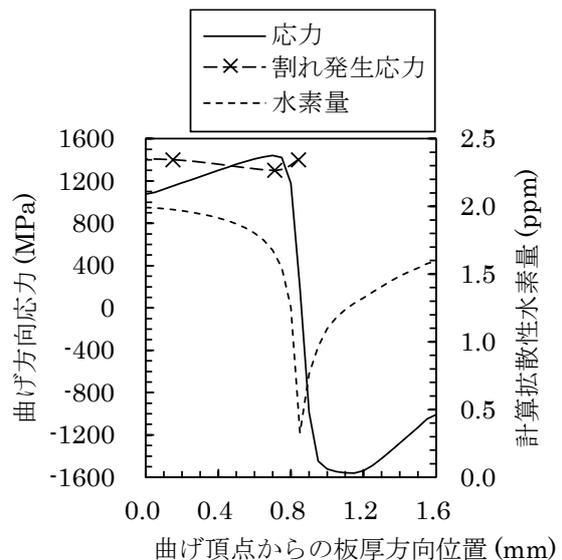


図 3-2.6.7-34 U 曲げ水素割れ試験で水素割れが発生した締込み量 17 mm のときの M 鋼の U 曲げ頂点部の板厚方向曲げ方向応力分布と計算拡散性水素濃度分布および定荷重水素割れ試験において水素割れが発生した応力

板厚内部で割れ発生応力を超えた位置でまず割れが発生し、そのき裂先端に応力集中が生じ、き裂が鋼板表面に進展して破断に至ったものと推察される。この結果から、U曲げ試験片の水素割れ発生危険箇所は、必ずしも相当ひずみと水素量が最も高い曲げ頂点部ではなく、応力の高い板厚中央部であることが分かった。なお、今回割れが発生したと考えられる位置における応力、相当ひずみ、拡散性水素量はそれぞれ、1440 MPa、0.017、1.68 ppm である。

図 3-2.6.7-36 に DP 鋼のボルト締込み量 15 mm のときの曲げ頂点部の板厚方向位置における曲げ方向応力、式(1-1-7)を用いて計算した拡散性水素量および定荷重試験で水素割れが発生した応力を示す。M 鋼同様に、ボルト締込み量 15 mm では、U 曲げ試験片の板厚中央部が最も応力が高く、その位置で定荷重試験で水素割れが生じた応力を超えていることが分かる。DP 鋼も M 鋼と同様に応力の最も高い板厚中央部から水素割れが生じたと考えられる。割れが発生したと考えられる位置における応力、相当ひずみ、拡散性水素量はそれぞれ、1313 MPa、0.024、1.61 ppm である。M 鋼でも DP 鋼でも水素割れ発生個所の応力、ひずみ、水素量で水素割れ発生を整理することができた。

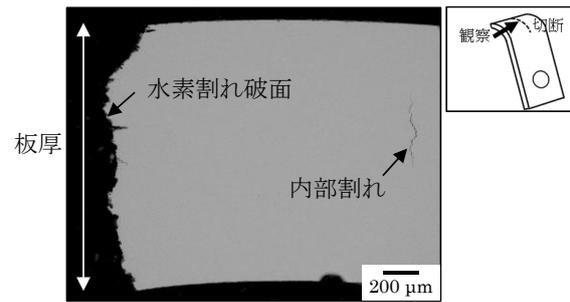


図 3-2.6.7-35 U 曲げ水素割れ試験で水素割れが発生した締込み量 17 mm の M 鋼の U 曲げ頂点部の水素割れ破面近傍の断面 SEM 像

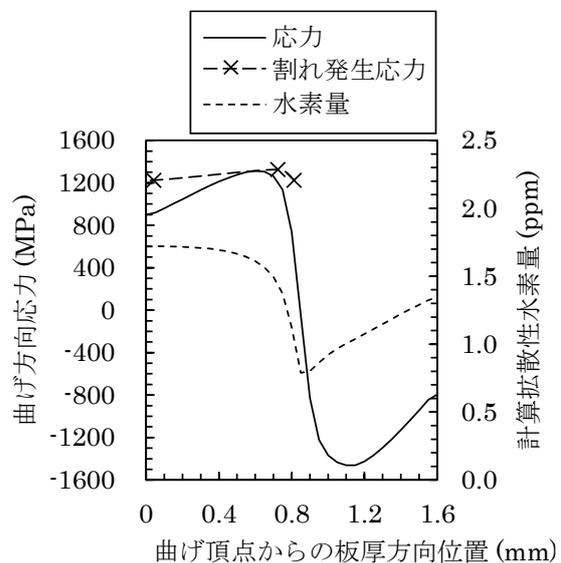


図 3-2.6.7-36 U 曲げ水素割れ試験で水素割れが発生した締込み量 15 mm のときの DP 鋼の U 曲げ頂点部の板厚方向曲げ方向応力分布と計算拡散性水素濃度分布および定荷重水素割れ試験において水素割れが発生した応力

(3) 参考文献

- 1) T. C. McIlvaine: *J. Biol. Chem.*, **49**(1921) 183.
- 2) 塑性加工便覧, 日本塑性加工学会編, コロナ社, 東京, (2006) 566.
- 3) S.Yamasaki and T.Takahashi: *Tetsu-to-Hagané*, **83**(1997) 454.
- 4) N.Suzuki, N.Ishii, T.Miyagawa and H.Harada: *Tetsu-to-Hagané*, **79**(1993) 227.
- 5) K.Takai and R.Watanuki: *ISIJ Int.*, **43**(2003), 520.

【西神分室 神戸製鋼所】

(1) 背景及び目的

腐食を伴う高強度鋼の水素脆化は、環境から侵入した水素が原因となって発生するため、想定する使用環境下における侵入水素量を把握することが重要である。環境からの侵入水素量を正確に得るためには、水素分析における阻害因子を把握し、極力除去することが望ましい。水素分析における代表的な阻害因子として錆の影響が挙げられ、錆の除去にはブラスト処理がしばしば使用されるが、水素侵入に及ぼすブラスト処理の影響を詳細に調査した報告例はない。そこで本研究では、腐食環境で鋼に侵入した水素を精緻に測定するための水素分析方法の確立を目的として、水素量測定に及ぼすブラスト処理の影響を調査した。そしてブラスト処理によって鋼に水素が侵入する現象を明らかにした。各種条件でブラスト処理を行った試験片の水素存在状態を解析し、水素侵入の機構および抑制方法を調査した。さらに同評価方法を用いて大気暴露環境下での U 曲げ試験片の水素量を定量化し、水素脆化との関係性について調査を行った。

(2) 実験方法および結果

(2-1) 実験方法

(2-1-1) 供試材

供試材には SCM 435 薄鋼板を用いた。900℃、15 分の焼入れ、400℃、30 分の焼戻しを行い、引張強度 1500 MPa 級の焼戻しマルテンサイト組織に調質した。

(2-1-2) 大気暴露試験および陰極チャージ試験による水素添加

平板試験片および自動車用部材を想定した曲げ加工となる U 曲げ試験片を大気暴露試験に供した。U 曲げ試験片の作製には、幅 30mm、板厚 1.6 mm の試験片を採取し、シャー切断によるせん断加工ひずみの影響を排除するため試験片長辺端面をフライス加工した。この試験片を 3 点曲げによって U 字形状に曲げ、曲げ半径を変化させた。曲げの頭頂部に貼り付けたひずみゲージを用いて計測されるひずみ量にヤング率を乗じた値を負荷応力として、試験片に通したボルトをナットで締め付けることによって曲げ加工部に応力を付与した。大気暴露環境下での腐食による水素添加を目的として、銚子、宮古島、函館にて大気暴露試験を行った。鋼中に侵入した水素の逃散を抑制するため、大気暴露試験後はドライアイスおよび液体窒素で試験片を冷却した状態で保管した。大気暴露した試験片から水素分析用試料を切り出した。切断時は水素逃散を防止するためにできるだけ短時間で行い、切断前後には液体窒素で試験片を冷却した。

陰極チャージ試験による水素添加には 10×10×1.6 mm の試験片を用いた。ポテンシostat / ガルバノスタットを用いて、試験片に対し定電流制御により水素添加を行った。ここで、対極には白金を用い、チャージ溶液には 0.1 M NaOH 水溶液を用いた。陰極チャージ試験は約 20℃で実施し、カソード電流密度およびチャージ時間はそれぞれ 1 μ A/mm²、48 h とした。

(2-1-3) ブラスト処理

ブラスト処理を用いて大気暴露試験で形成した錆の除去を行った。ここでブラスト装置には、SNM アジア株式会社製ハンディブラスターを用い、エア源には圧縮空気あるいは圧縮乾燥空気を用いた。また、ブラスト処理の砥粒には珪砂 (有限会社竹折砥業所 9 号珪砂) あるいはアルミナ (サンゴバン株式会社製 WHITE ABRAX F220) を使用した。珪砂は全て同じ製品であるが、ロットによって水素分析結果が変化したため、珪砂 A、B、C とロット毎に区別した。温度上昇に伴う

水素逃散を防止するために、ブラスト処理の前後は液体窒素での冷却を行った。水素分析に及ぼすブラスト処理の影響を調査するため、暴露を行っていない試験片および陰極チャージ試験で水素添加を行った試験片に対しても、同様のブラスト処理を行った。砥粒に用いた珪砂およびアルミナの付着水分量は、105 °Cまでの加熱気化カールフィッシャー法を用いて求めた。

(2-1-4) 水素量測定および水素可視化

水素量の測定には大気圧イオン化質量分析計 (Atmospheric Pressure Ionization Mass Spectrometer, API-MS) を用いた¹⁾。水素脆化に影響すると考えられる拡散性水素量は一般的に 300°Cまでに放出される。そのため、室温から 300°Cまで昇温したときに放出される水素の積算値を評価した。昇温速度は 12°C min⁻¹ とした。

水素の可視化には汎用セクター型 SIMS を用いた。ここで水素トラップサイトのトレーサーとして、軽水素の代わりに重水素を用いた。希少同位体である重水素をトレーサーとする同位体標識法により、鋼中に初期から存在する軽水素と環境から侵入した重水素を分離して存在箇所を評価することができる。さらに、測定上のバックグラウンド由来の水素と区別することが可能であるため、バックグラウンド由来の水素を低減するための排気時間を短縮化することができる²⁾。これにより、試験片に含まれる水素が逃散する前に、水素可視化評価を開始することが可能である。一次イオンビーム条件を Cs⁺, 15keV とし、走査イオン像モードにて負の重水素イオン (²D⁻) を取得した。

(2-2) 実験結果

(2-2-1) 水素量測定に及ぼすブラスト処理の影響

鋼中の水素分析に及ぼす錆の影響を把握するために、大気暴露試験後の試験片の錆が一部残るように、意図的に 1 s 未満の短時間のブラスト処理を 3 回行い、水素分析を行った結果を図 3-2.6.7-37 に示す。ここでブラスト砥粒には珪砂 A を用いた。大気暴露試験で形成した錆はブラスト処理によって部分的に除去されているが、一部が残存していることが図 3-2.6.7-37 a に示す外観写真からわかる。錆が残存した試験片の水素量測定結果を図 3-2.6.7-37 b に示す。120°C近傍をピークとする低温側の水素放出に加え、250°C近傍をピークとする高温側の水素放出が確認された。120°C近傍をピークとする水素放出は拡散性水素であり、その一部は大気暴露試験によって鋼中に侵入した水素由来である可能性が考えられる。一方、250°C近傍をピークとする水素放出は錆由来と推察される。石黒らは錆の付いた鋼材を昇温脱離式ガスクロで分析を行った際の水素放出挙動を詳細に調査し、錆と鉄との反応によって 300-400°Cの高温域に水素が放出されることを報告している³⁾。本実験においても同様に、残存した錆と鋼が昇温脱離分析中に反応し、高温側に水素が放出されたことが考えられる。このような高温側の水素放出は低温側の水素放出にも裾を伸ばしており、水素脆化に影響すると考えられる低温側の鋼中の拡散性水素の定量化を阻害する。すなわち、錆は鋼中水素量の精密な測定に対する阻害因子として働き、水素量測定前に十分に除去する必要がある。そこで、次にブラスト処理による錆の除去を検討した。

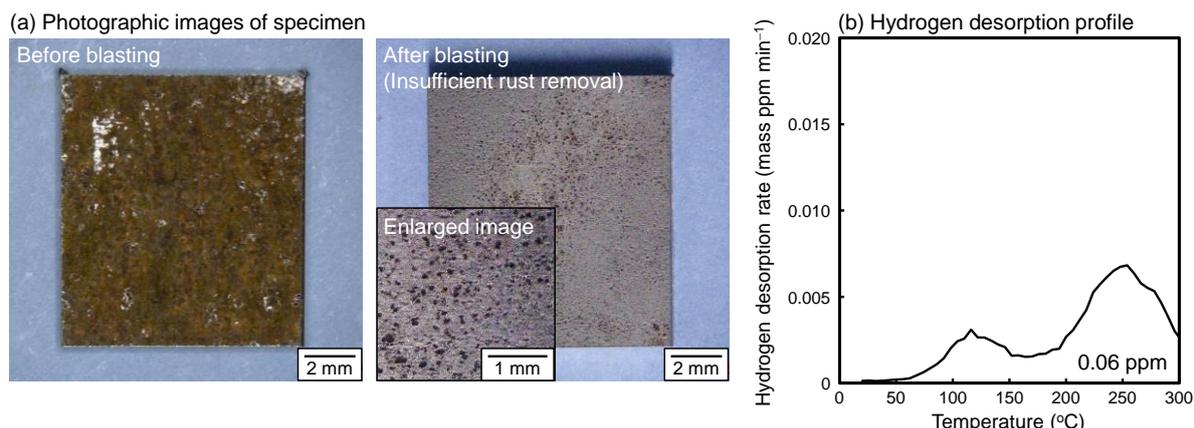


図 3-2.6.7-37. (a) Photographic images of specimen before and after insufficient blasting using silica A to remove the rust formed by atmospheric corrosion. (b) Hydrogen desorption profile of specimen with residual rust after insufficient blasting. (Online version in color.)

鋼の水素量測定に及ぼすブラスト処理の影響を調査するために、大気暴露後の試験片の錆が十分に除去されるよう、長時間のブラスト処理を行った。ここで砥粒には珪砂 A を使用し、ブラスト時間の影響を調査するために、1 回あたりのブラスト時間を 1 s、3 s、10 s、30 s とし、ブラスト回数を変化させ、ブラスト処理の合計時間は 30 s で固定とした。例えば 1 回あたりのブラスト時間を 1 s とする場合は、ブラスト処理を 1 s 行った後に液体窒素で冷却する作業を試験片の表面と裏面に対してそれぞれ 15 回ずつ行い、合計で 30 回のブラスト処理を実施して、ブラスト時間の合計は 30 s とした。得られた結果を図 3-2.6.7-38 に示す。大気暴露環境での腐食によって形成した錆はブラスト処理によってほぼ完全に除去されることがわかる(図 3-2.6.7-38 a)。従って、水素分析に及ぼす錆の影響はほとんどないとして以下の議論を進める。1 回あたりのブラスト時間が長くなるにつれて、水素量が増加することが図 3-2.6.7-38 b からわかる。また、図 3-2.6.7-38 c に示す水素放出曲線から、1 回あたりのブラスト時間が長くなるほど水素放出が増加するとともに、300 °C まで昇温しても脱離しきらない高温側の水素放出が顕著になることが確認された。1 回あたりのブラスト時間が長くなるほど、ブラスト処理に伴う発熱によって試験片温度が上昇し水素量が減少することが当初予想されたが、本結果は予想と反対の傾向であった。実際にブラスト処理直後の試験片温度を表面温度計で測定した結果、1 回あたりのブラスト時間が 1 s、3 s、10 s、30 s と長くなるにつれて、-22°C、-19°C、-4°C、25°C と表面温度が上昇することが確認された。大気暴露試験での腐食によって鋼中に侵入した水素は、試験片温度の上昇によって逃散しやすくなると考えられるため、今回確認された 1 回あたりのブラスト時間の長期化に伴う水素量の増加は、大気暴露試験で侵入した鋼中水素では説明できない。すなわち、ブラスト処理自体が水素量測定に影響を及ぼしていると考えられる。

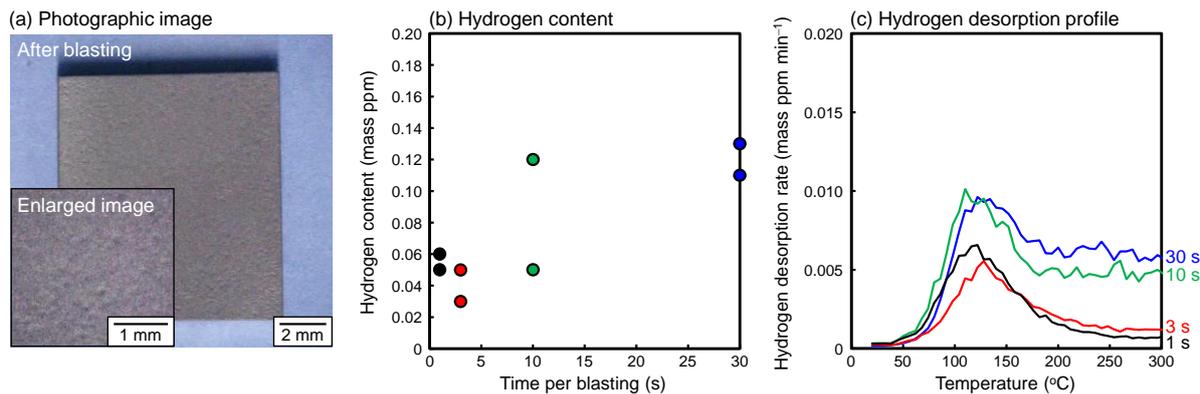


図 3-2.6.7-38. (a) Photographic image of specimen after sufficient blasting using silica A to remove the rust formed by atmospheric corrosion. (b) Hydrogen contents and (c) hydrogen desorption profiles of corroded specimens after blasting when changing the time per blasting with the total time of blasting as 30 seconds. (Online version in color.)

錆や腐食による水素の影響を排除し、ブラスト処理そのものが水素量測定に与える影響を調査するため、大気暴露試験を行わず腐食していない鋼に対してブラスト処理を行った結果を図 3-2.6.7-39 に示す。大気暴露後の試験片に対してブラスト処理を行ったときと同様に、1 回あたりのブラスト時間を 1 s、3 s、10 s、30 s としてブラスト回数を変化させ、ブラスト処理の合計時間は 30 s で固定とした。砥粒には珪砂 A、B、C を用いた。ブラスト処理を行わなかった試験片の水素量は 0.01 ppm 未満であり、ほとんど水素は含まれていなかった。一方、ブラスト処理を行うことで水素量が増加することが確認された。また、大気暴露した試験片を用いた場合と同様に、1 回あたりのブラスト時間が長いほど、水素量が増加する傾向が確認された(図 3-2.6.7-39 a)。珪砂 B を使用した場合の水素放出曲線を図 3-2.6.7-39 b に示す。1 回あたりのブラスト時間が長くなるにつれて、150°C 近傍をピークとする低温側の水素放出および 300°C でも低下しきらない高温側の水素放出が確認された。特に、珪砂 B を使用した場合、最大で 0.18 ppm もの水素量が検出されたが、これは従来報告されている暴露試験での侵入水素量と比較して無視できない高い値であることから、鋼中水素量を精密に測定する目的において、ブラスト処理は阻害因子となりうる事が判明した。

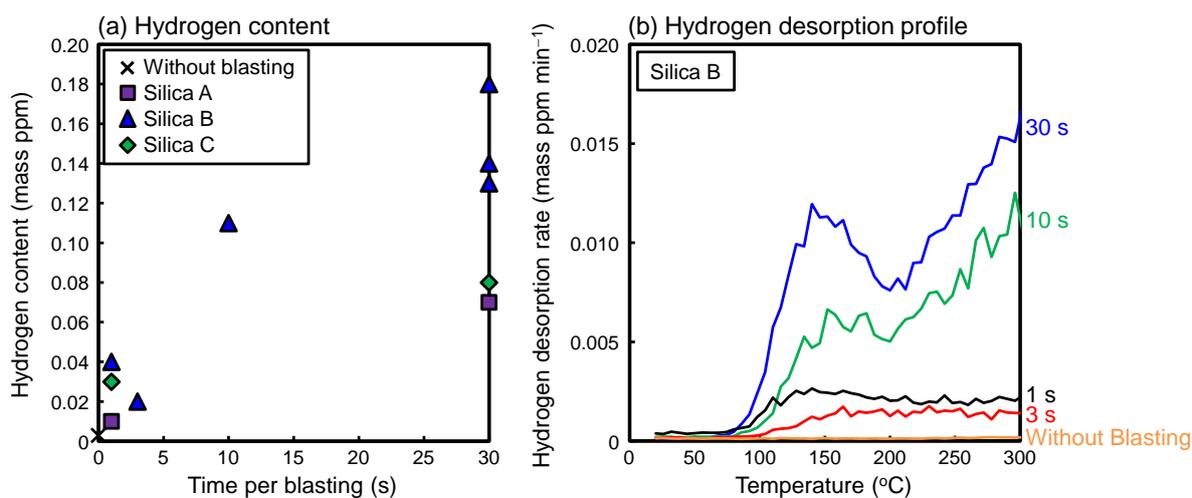


図 3-2.6.7-39. (a) Hydrogen contents and (b) hydrogen desorption profiles of non-corroded specimens after blasting using silica A, B, C when changing the time per blasting with the total time of blasting as 30 seconds. (Online version in color.)

水素分析に及ぼすブラスト処理の影響の試験片厚さ依存性を調査した結果を図 3-2.6.7-40 に示す。本実験でのみ、厚さが 6.0 mm の SCM 435 鋼板を供試材として用い、板厚 0.5 mm ~ 5.8 mm の試験片 (10×10 mm) を採取してブラスト処理を行った。ブラスト処理には砥粒 C を使用し、1 回あたりのブラスト時間を 30 s (試験片の表面と裏面に対してそれぞれ 15 s) としてブラスト回数は 1 回とした。試験片の板厚が減少するにつれて水素量が増加する傾向が確認された(図 3-2.6.7-40 a)。また、図 3-2.6.7-40 b に示す水素放出曲線から、板厚の減少とともに、120°C 近傍をピークとする低温側の水素放出および 300°C でも低下しきらない高温側の水素放出が増加することがわかる。板厚が大きい試験片では、ブラスト処理によって鋼表面から近い領域には水素が侵入するものの、鋼表面から離れた領域では水素が十分拡散しておらず、水素が少ない領域が占める割合が大きいため、平均の水素濃度としては少なく見積もられたと考えられる。一方、板厚が薄くなると比表面積が大きくなり、ブラスト処理によって鋼表面から侵入した水素が存在する領域の占める割合が大きくなるため、平均水素濃度が高くなったと推察される。特に薄鋼板や細径の線材などの比表面積が大きい試験片の錆を除去する場合において、ブラスト処理による水素量増加は注意すべき現象といえる。

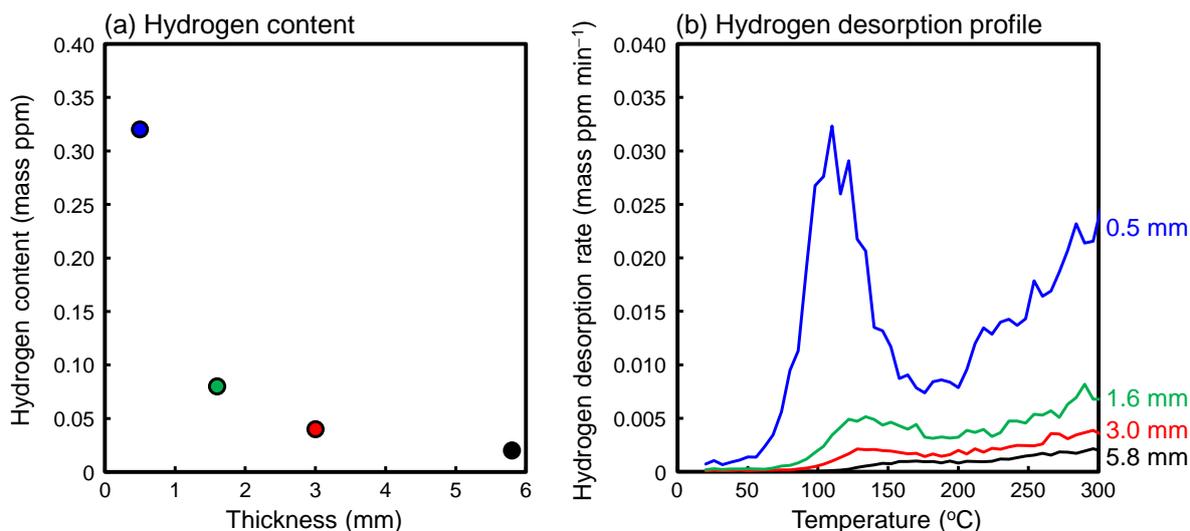


図 3-2.6.7-40. (a) Hydrogen contents and (b) hydrogen desorption profiles of non-corroded specimens after blasting using silica C when changing the thickness of specimens. (Online version in color.)

(2-2-2) ブラスト処理による水素量増加の水素源

腐食に伴い鋼中に侵入した水素を精緻に評価するためには、阻害因子である錆を除去するとともに、ブラスト処理による水素侵入の増加も抑制する必要がある。ブラスト処理による水素量増加の抑制を目的として、ここではその原因となる水素源の調査を行った。鋼への水素侵入機構の仮説を 図 3-2.6.7-41 に示す。水素源となりうる水分が、ブラスト処理によって露出した鋼新生面によって還元されて、水素が発生すると共に、その一部が鋼中に水素侵入するモデルを仮定した。そして水素源としては、(i)液体窒素から試験片を取り出したときに試験片表面に付着する霜、(ii)ブラスト処理に使用するエア源に含まれる水分、(iii)砥粒に含まれる水分、(iv)雰囲気中の水分、が考えられる。これら因子の影響を以下に調査した。

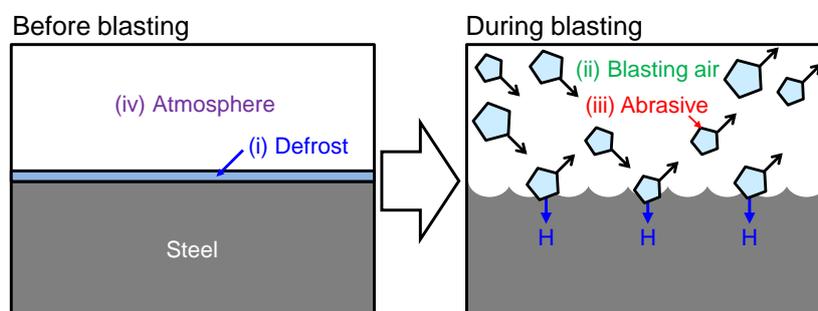


図 3-2.6.7-41. Schematic illustration of (i)frost, (ii)blasting air, (iii)water in abrasive, and (iv) atmosphere, which are assumed as hydrogen sources for increasing the hydrogen content due to blasting. (Online version in color.)

(2-2-2-1) 霜の影響

ブラスト処理前に試験片を液体窒素から取り出した際に付着した霜がブラスト処理による水素量増加の水素源となるか把握するため、霜が付着した試験片と、液体窒素から取り出した後に室温に戻して霜を除去した試験片に対してブラスト処理を行った。ここで、ブラスト処理には珪砂 C を使用し、試験片の表面と裏面に対してそれぞれ 15 s、合計 30 s のブラスト処理を行った。霜が付着した試験片に対してブラスト処理した場合の水素量は 0.08 ppm であったのに対し、霜を除去した場合は 0.09 ppm と大きな差は確認されなかった。従って、霜はブラスト処理による水素量増加の水素源ではないとわかった。

(2-2-2-2) エアースourceに含まれる水分の影響

ブラスト処理のエアースourceに含まれる水分の影響を調査するために、エアースourceに圧縮空気および圧縮乾燥空気を使用したときの比較を行った。ブラスト処理には珪砂 B を使用し、試験片の表面と裏面に対してそれぞれ 15 s、合計 30 s のブラスト処理を行った。圧縮空気を用いた場合の水素量は 0.13 ppm であり、圧縮乾燥空気を使用した場合の水素量は 0.14 ppm と同程度であったことから、エアースourceに含まれる水分はブラスト処理による水素量増加の水素源ではないと判断された。

(2-2-2-3) 砥粒に含まれる水分の影響

ブラスト処理に使用した砥粒に含まれる水分の影響を調査するために、砥粒を乾燥させて水分を除去した場合の変化を調査した。具体的には、砥粒に使用した珪砂 B を定温乾燥器にて 200 °C×24 h 以上の乾燥処理を行った。乾燥処理後、室温までの冷却に伴って大気中の水分が珪砂に再付着することを抑制するために、事前にモレキュラーシーブで脱水したデシケータ内に乾燥後の珪砂とモレキュラーシーブを共に数時間保管して室温まで冷却した。珪砂に含まれる付着水分量は乾燥処理前に 0.12 mass% であったのに対し、乾燥処理によって 0.07 mass% まで低下することがカールフィッシャー法によって確認された。乾燥させた珪砂を用いて、表面と裏面に対してそれぞれ 15 s、合計 30 s のブラスト処理を行った試験片の昇温脱離分析結果を 図 3-2.6.7-42 a に示す。乾燥処理を行わずブラスト処理した場合は 0.14 ppm の水素が検出されたのに対し、乾燥処理を行った珪砂を用いた場合は 0.11 ppm と水素放出が減少することが確認された。乾燥処理による珪砂の付着水分量の低下に伴い、ブラスト処理した鋼中の水素量の低下が確認されたことから、砥粒に含まれる水分がブラスト処理による水素量増加の水素源となることが間接的ではあるが示唆された。砥粒に含まれる水分が水素源となることを直接的に証明するために、重水を付着させた珪砂を用いてブラスト処理を行い、ブラスト処理後の試験片から重水素が検出されるか検証を行った。軽水 (H₂O) と比較して、重水 (D₂O) は自然界での存在比率が極めて低いため、重水を付着させた砥粒を用いたブラスト処理を行った試験片から重水素が検出された場合には、砥粒に含まれる水分が水素源だと断定できる。実験方法としては、事前にモレキュラーシーブで脱水したデシケータ内に乾燥処理後の珪砂と重水を添加したビーカーを共に数時間保管して室温まで冷却した。これにより、乾燥処理で脱離させた軽水に代わって、ビーカーから蒸発した重水素が珪砂に吸着して置換すること (以後、重水置換処理と記載する) が可能である。重水を付着させた珪砂を用いて、試験片の表面と裏面に対してそれぞれ 15 s、合計 30 s のブラスト処理を行った。ブラスト処理した試験片から放出された重水素の昇温脱離分析結果を 図 3-2.6.7-42 b に示す。重水置換処理を行わなかった場合は、珪砂の乾燥処理の有無によらず、ブラスト処理後の試験片から重水素は

ほとんど検出されなかった。一方、乾燥処理後に重水置換処理を行った珪砂を用いてブラスト処理を行った試験片でのみ、重水素が顕著に検出されることが明らかになった。本結果から、砥粒に含まれる水分が、ブラスト処理による水素量増加の水素源となることが明確化された。図 3-2.6.7-42 a に示した軽水素の昇温脱離分析結果から、重水置換処理を行った場合に検出された軽水素は 0.09 ppm であり、乾燥処理を行わなかった場合 (0.14 ppm) や重水置換処理を行わず乾燥させた珪砂を使用した場合 (0.11 ppm) と比較して、低い値であることが確認された。これは、乾燥処理によって珪砂に含まれる軽水が脱離したことに加えて、乾燥処理後の室温までの冷却を重水雰囲気で行ったことで砥粒に付着した重水によって軽水の再付着が抑制され、珪砂に含まれる軽水の量が減少したためだと考えられる。

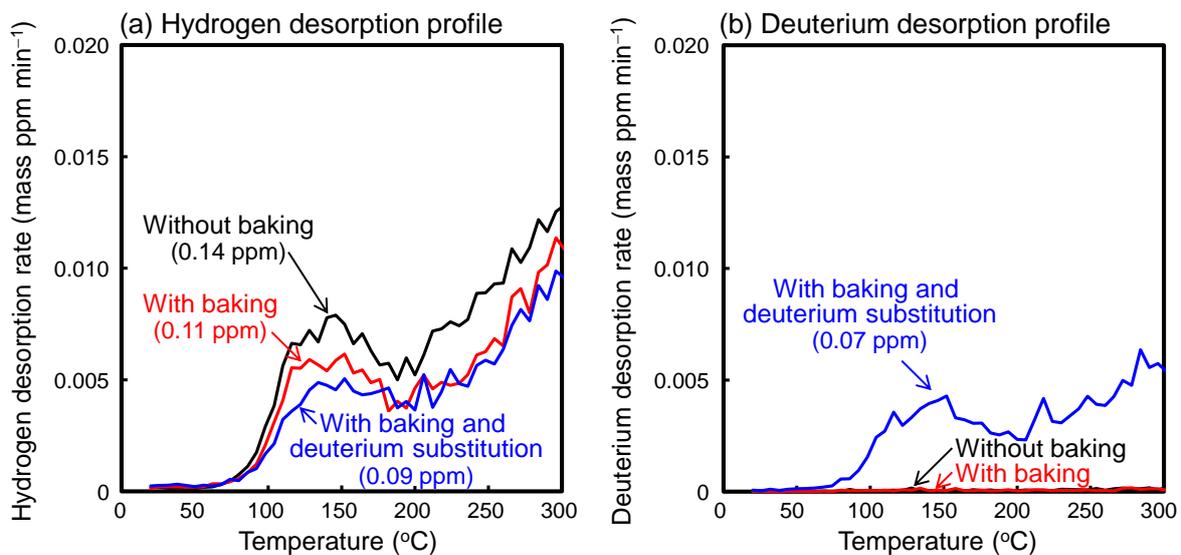


図 3-2.6.7-42. (a) Hydrogen and (b) deuterium desorption profiles of non-corroded specimens after blasting using abrasive without baking, with baking, and with baking and deuterium substitution. Silica B was used as abrasive. (Online version in color.)

(2-2-2-4) 雰囲気中の水分の影響

ブラスト処理における雰囲気中に含まれる水分の影響を調査するために、雰囲気を乾燥させて水分を除去した場合の変化について調査した。雰囲気中の水分量を制御するために、ここでは簡易グローブボックス内でのブラスト処理を実施した。砥粒には乾燥処理で砥粒に含まれる水分を減らした珪砂 C を使用し、モレキュラーシーブによって乾燥させたグローブボックス内 (湿度計で測定した相対湿度値: 21%RH) でブラスト処理を行った試験片と、乾燥させなかったグローブボックス内 (相対湿度値: 55%RH) でブラスト処理を行った。ここで、ブラスト時間は試験片の表面と裏面に対してそれぞれ 15 s、合計 30 s とした。グローブボックス内を乾燥させずブラスト処理した試験片の水素量は 0.06 ppm であったのに対し、乾燥させた場合は 0.05 ppm と水素量の低下が確認されたが、その差はわずかであった。したがって、雰囲気中の水分の影響は少ないことがわかった。

上記結果から、ブラスト処理による水素量増加の水素源は主に砥粒に含まれる水分であることが明らかになった。

(2-2-3) ブラスト処理による水素量増加の抑制方法

ブラスト処理による水素量増加の水素源が砥粒に含まれる水分由来であることがわかったため、ブラスト処理による水素量増加の抑制を目的として、ここでは付着水分量の少ない砥粒を用いたブラスト処理を検討した。具体的には、砥粒として珪砂に加えアルミナを使用してブラスト処理を行った。珪砂 A、B、C の水分量は 0.07、0.12、0.09 mass% であり、全て同じ製品名であるが付着水分量はロットによって異なっていた。この原因は明らかではないが、珪砂の製造方法や製造時期あるいは保管方法によって、付着水分量が異なっていたと考えられる。アルミナの付着水分量は 0.02 mass% とであり、珪砂と比較して少ないことが確認された。これら砥粒を用いてブラスト処理を行った試験片の水素量測定結果を図 3-2.6.7-43 に示す。1 回あたりのブラスト時間を 1 s、3 s、10 s、30 s としてブラスト回数を変化させ、ブラスト処理の合計時間は 30 s で固定とした。いずれの砥粒でも、1 回あたりのブラスト時間が短くなるにつれて、水素量が低下する傾向が確認された。また、砥粒にアルミナを使用した場合、珪砂と比較して水素量が低下した。砥粒に含まれる水分量とブラスト処理した試験片の水素量との関係を図 3-2.6.7-43 b に示す。1 回あたりのブラスト時間が 1 s、30 s のいずれの場合も、砥粒に含まれる水分量が多いほど、ブラスト処理後の水素量が増加することがわかる。本結果もまた、砥粒の付着水分量の水素源でありブラスト処理での水素量増加の原因となることを示している。ブラスト処理による水素量増加を抑制するためには、1 回あたりのブラスト時間を短時間化すると共に、付着水分量の少ない砥粒を使用することが有効である。

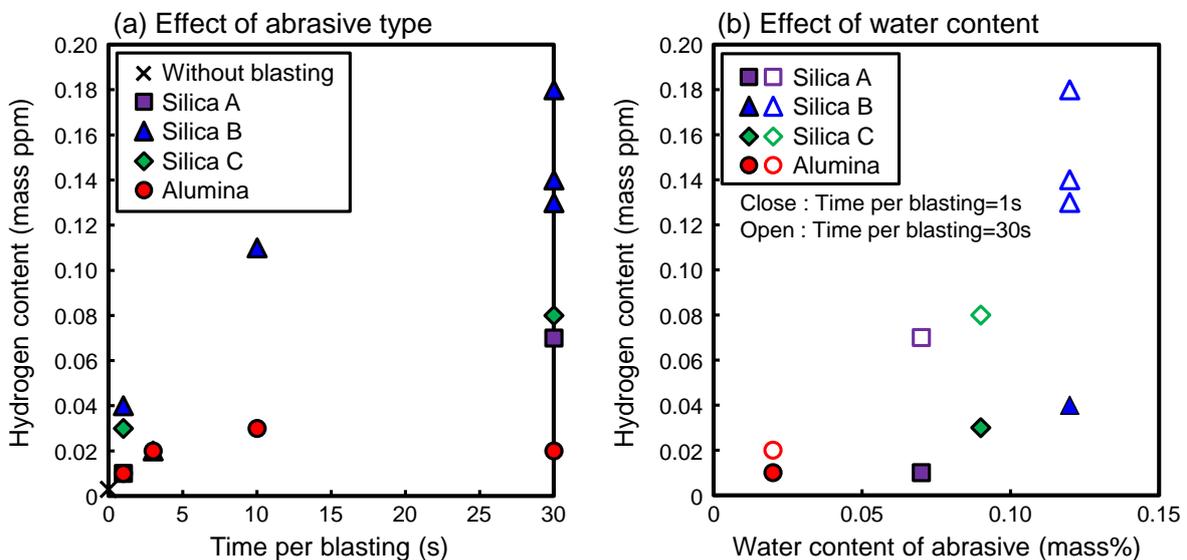


図 3-2.6.7-43. (a) Relationship between hydrogen contents of non-corroded specimens after blasting and time per blasting when changing the abrasives. (b) Relationship between hydrogen contents of non-corroded specimen after blasting and water contents of abrasives. (Online version in color.)

(2-2-4) ブラスト処理による鋼への水素侵入の機構

ブラスト処理による鋼への水素侵入の仮説として、図 3-2.6.7-41 に示すように、水素源

となる水分（特に砥粒に含まれる水分）が、ブラスト処理によって露出した鋼新生面によって還元されて水素発生すると共に、その一部が鋼中に水素侵入するモデルを仮定した。ここでは水素放出プロファイルの解析や SIMS による水素可視化手法を用いて、ブラスト処理による鋼への水素侵入機構の詳細を考察する。ブラスト処理後の試験片の水素放出プロファイルは、100 ~ 200°C域にピークを有する低温側の水素放出と、300°Cでも低下しきらない高温側の水素放出の 2 種類の水素放出から構成される（図 3-2.6.7-39）。これら水素が鋼中に侵入した拡散性水素かあるいは非拡散性水素か、水素存在状態を明らかにするために、ブラスト処理後に一定期間の室温放置を行った後、水素量測定を行った結果を図 3-2.6.7-44 に示す。ブラスト処理後すぐに液体窒素に保管し、水素量測定を行った場合は、0.18 ppm の水素量が検出された。一方、ブラスト処理後に室温で放置して液体窒素保管を行った試験片の水素量は、1 日の放置で 0.11 ppm に低下し、1 日以降 10 日の放置までは水素量がほぼ一定となった。図 3-2.6.7-44 b に示す水素放出プロファイルから、100 ~ 200°C域にピークを有する低温側の水素放出が、室温での放置によって消失し、これは拡散性の水素であることを示唆している。一方、300°Cでも低下しきらない高温側の水素放出は、室温での放置時間に関わらず残存しており、非拡散性の水素であることがわかる。一般的に、腐食や陰極チャージなどで水素を添加した場合は、拡散性水素として鋼中に存在し、室温放置で逃散する。ブラスト処理した試験片の水素量測定で確認された 100 ~ 200°C域ピークの低温側の水素放出も室温放置で逃散することから、鋼中に侵入した拡散性水素であると考えられる。

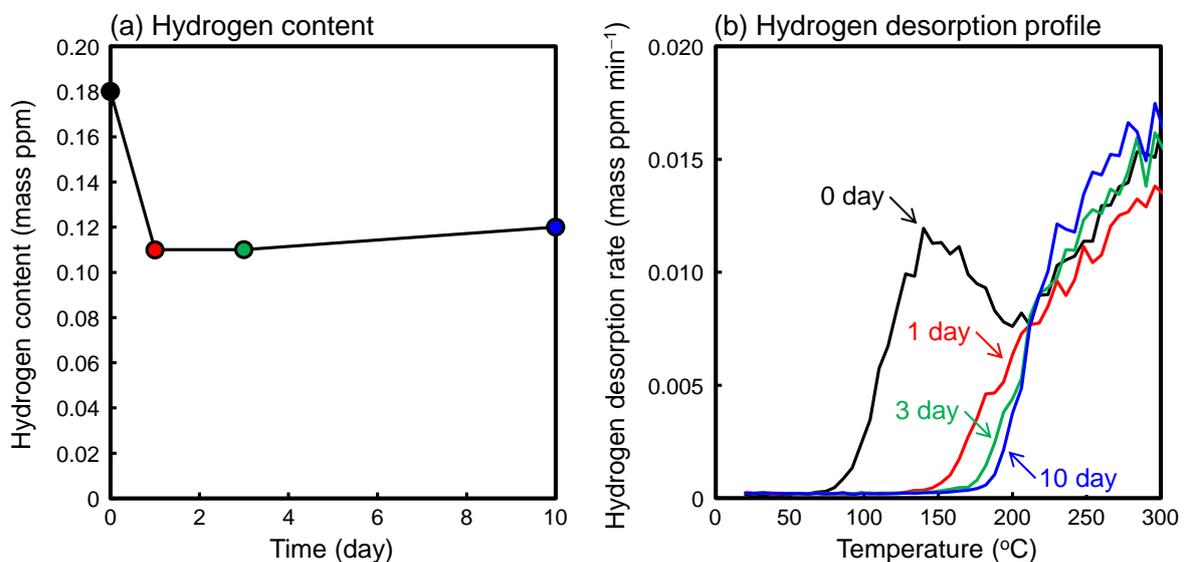


図 3-2.6.7-44. Time dependence of (a) hydrogen contents and (b) hydrogen desorption profiles of non-corroded specimens kept at room temperature after blasting. Silica B was used as abrasive. (Online version in color.)

ブラスト処理によって鋼中に水素が侵入することを直接的に証明するために、SIMS を用いて鋼断面の水素可視化を行った。具体的には、乾燥処理後に重水置換した砥粒を用いてブラスト処理を行った試験片の断面における重水素を可視化した結果を図 3-2.6.7-45 に示す。図 3-2.6.7-45 c で $^{72}\text{FeO}^-$ が強く検出される領域が鋼の断面部分であるが、鋼内部に重水素 (^2D) が存在するこ

とが図 3-2.6.7-45 a からわかる。本結果は、砥粒に含まれる水分由来の水素が鋼中に侵入することを明確に示すものである。鋼内部だけでなく、鋼表面にも重水素が存在することがわかる。鋼表面の重水素の存在位置と、砥粒由来のケイ素 (^{28}Si) の存在位置は一致していた。検出されたケイ素は、ブラスト処理後に鋼表面に残存した珪砂の可能性が考えられたことから、ブラスト処理前後での試験片の断面 SEM 観察と EDX 分析を行った結果を図 3-2.6.7-46 に示す。ここで、1 回あたりのブラスト時間を 1 s、30 s としてブラスト回数を変化させ、ブラスト処理の合計時間は 30 s で固定とした。ブラスト処理前 (図 3-2.6.7-46 a) には確認されなかった Si、O がブラスト処理後の試験片表面には確認され、これは鋼表面に珪砂が残存することを示している。従って、SIMS で確認された鋼表面の重水素は、残存した珪砂に含まれる重水由来と推察される。1 回あたりのブラスト時間が 1 s のとき (図 3-2.6.7-46 b) と比較して 30 s と長いほど (図 3-2.6.7-46 c)、鋼表面に残存する珪砂の量が多くなることわかる。以上のように SIMS による水素可視化から、鋼中に存在する水素と鋼表面に残存する砥粒に含まれる水分由来の水素の 2 種類の水素存在状態が確認された。これと水素放出プロファイルで見られた 100 ~ 200°C 域の低温側の水素放出と 300°C でも低下しきらない高温側の水素放出の 2 種類の水素放出との対応と考えると、鋼中に侵入した拡散性水素が 100 ~ 200°C 域の低温側の水素放出であり、鋼表面の砥粒に含まれる水分が昇温脱離分析中に鋼と反応して生じた水素が高温側の水素放出の原因であることが推察される。鋼表面に残存した砥粒に含まれる水分は室温で安定であることから、ブラスト処理後に室温放置を行った試験片においても変わらず、高温側に水素放出が確認されたと説明できる。

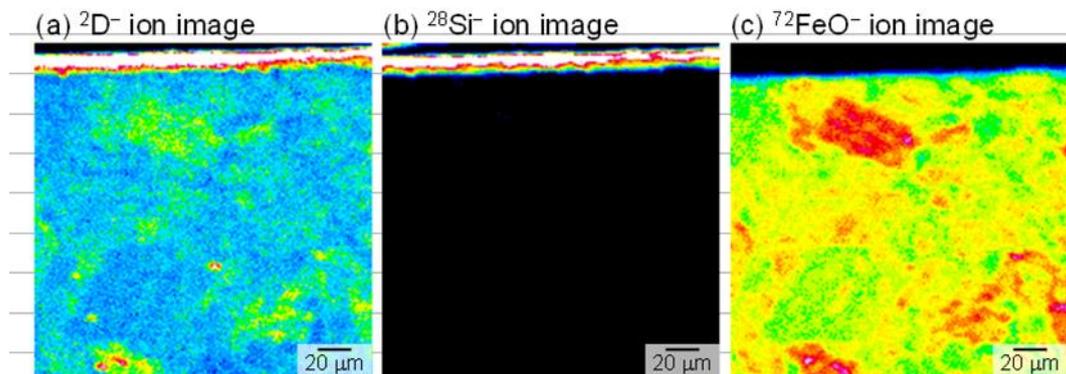


図 3-2.6.7-45. SIMS images of (a) $^{2}\text{D}^-$, (b) $^{28}\text{Si}^-$, and (c) $^{72}\text{FeO}^-$ in specimen after blasting using abrasive with baking and deuterium substitution. Silica B was used as abrasive. (Online version in color.)

上記結果を踏まえ、ブラスト処理による鋼への水素侵入の機構の模式図を図 3-2.6.7-47 に示す。ブラスト処理によって露出した活性な鋼新生面によって、砥粒に含まれる水分が還元されて水素発生し、その一部が拡散性水素として鋼中に侵入する (図 3-2.6.7-47 b)。ブラスト処理後、鋼中には拡散性水素が存在し、鋼表面には水分を含む砥粒が残存する (図 3-2.6.7-47 c)。これに対し昇温脱離分析を行うと、鋼中の拡散性水素は 100 ~ 200°C 域の低温側にピークを持って放出される。さらに高い温度まで昇温を行うと、鋼表面の砥粒に含まれる水分と鋼とが反応し ($\text{Fe} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ferrioxide} + \text{H}_2$)、昇温脱離分析中に水素発生した結果、300°C でも低下しきらない高温側の水素放出として検出されたと考えられる (図 3-2.6.7-47 d)。

ことと、付着水分量が少ない砥粒を使用することが有効であることを図 3-2.6.7-43 に示した。ここでは、その抑制機構について考察を行う。1 回あたりのブラスト時間が短いほど水素侵入が抑制される機構は、ブラスト処理による発熱での鋼の温度上昇が抑えられることと、鋼表面に残存する砥粒が少なくなることが原因と考えられる。すなわち、一般的に鋼と水分との酸化還元反応（腐食反応）は温度が高いほど促進されるため、1 回あたりのブラスト時間が長い場合は、温度上昇によって鋼と砥粒の付着水分との腐食反応および水素発生反応が活発になり、水素が侵入しやすくなる。一方、1 回あたりのブラスト時間が短く、鋼の温度が低い場合には、腐食反応および水素発生・侵入反応が抑制されたと推察される。また、図 3-2.6.7-46 に示したように 1 回あたりのブラスト時間が短いほど、鋼表面に残存する砥粒が少なる。これは 1 回あたりのブラスト時間が長いほどエア圧力が安定し、砥粒が鋼に衝突する圧力が強くなったためだと推察される。水素放出プロファイルで 300 °C でも放出しきらない高温側の水素放出は、砥粒に含まれる水分と鋼との反応で生じたと仮定すると、1 回あたりのブラスト時間が短いほど、鋼表面に残存する砥粒が減少した結果、高温側の水素放出が低下したと考えられる。

砥粒の付着水分量が少ないほど水素量増加が抑制された機構は、水素放出プロファイルにおける低温側および高温側の水素放出の原因が砥粒に含まれる水分であるためと理解できる。すなわち、砥粒の付着水分量が少ないほど、鋼新生面との反応で発生して鋼中に侵入する水素が低減し、低温側の拡散性水素量が低下する。また、ブラスト処理後に鋼表面に残存した砥粒中の水分量が少なくなるため、昇温脱離分析中に鋼との反応で生じる高温側の水素放出も低減したと考えられる。

(2-2-6) 鋼中水素量を正しく評価するためのブラスト処理

ブラスト処理による水素量増加を抑制する方法を検討したが、ブラスト処理中の発熱等によって鋼中の水素が逃散してしまう可能性も考えられる。そこで、本ブラスト処理が鋼中水素量の逃散を促すことがないか調査を行った。具体的には、予め陰極チャージで水素添加を行った試験片に対しブラスト処理を行い、水素分析に供した。ブラスト処理が不適切な比較例として砥粒に水分量の多い珪砂 B を用い、1 回あたりのブラスト時間を 30 s とし試験片の表面と裏面に対してそれぞれ 15 s のブラスト処理を行った結果を図 3-2.6.7-48 a に示す。ブラスト処理を行わず陰極チャージを行った場合は、100 ~ 200°C 域の低温側にピークを持つ拡散性水素 (0.04 ppm) の放出が確認された。一方、陰極チャージ後に珪砂を用いてブラスト処理を行った場合は、100 ~ 200°C 域の低温側の水素放出および 300 °C まで放出しきらない高温側の水素放出が増加し、水素量は 0.20 ppm に増加した。水素チャージを行わずブラスト処理のみを行った場合の水素放出プロファイルを同時に示すが、ブラスト処理によって 0.14 ppm の水素量増加が確認される。陰極チャージで鋼中に侵入した水素にブラスト処理による水素侵入が重畳された結果、ブラスト処理前の 0.04 ppm から 0.20 ppm まで水素量が増加したと考えられる。また、珪砂を用いて 1 回あたりのブラスト時間を 1 s とし試験片の表面と裏面に対してそれぞれ 15 回の合計 30 s のブラスト処理を行った結果を図 3-2.6.7-48 b に示す。1 回あたりのブラスト時間を 30 s から 1 s に短時間化することにより、ブラスト処理による水素量増加が 0.14 ppm から 0.04 ppm に減少し、陰極チャージ後にブラスト処理した場合の水素量も 0.20 ppm から 0.10 ppm に低下する。しかしながら、珪砂のような付着水分量が高い砥粒を用いた場合は、1

回あたりのブラスト時間を短時間化した場合でもブラスト処理での水素侵入によって、鋼中水素量を正しく測定できないことがわかる。それに対し、砥粒に付着水分量の少ないアルミナを用いて、1 回あたりのブラスト時間を 1 s として試験片の表面と裏面に対してそれぞれ 15 回の合計 30 s のブラスト処理を行った結果を図 3-2.6.7-48 c に示す。陰極チャージでの水素添加を行わず、ブラスト処理のみを行った試験片の水素量は 0.01 ppm であり、ブラスト処理による水素増加はわずかであった。また、陰極チャージで水素添加した試験片の水素量および水素放出プロファイルはブラスト処理前後で大きな変化がないことが確認された。すなわち、本条件ではブラスト処理中の水素侵入および水素逃散のいずれも抑制できており、鋼中水素量の測定を阻害しないことがわかった。

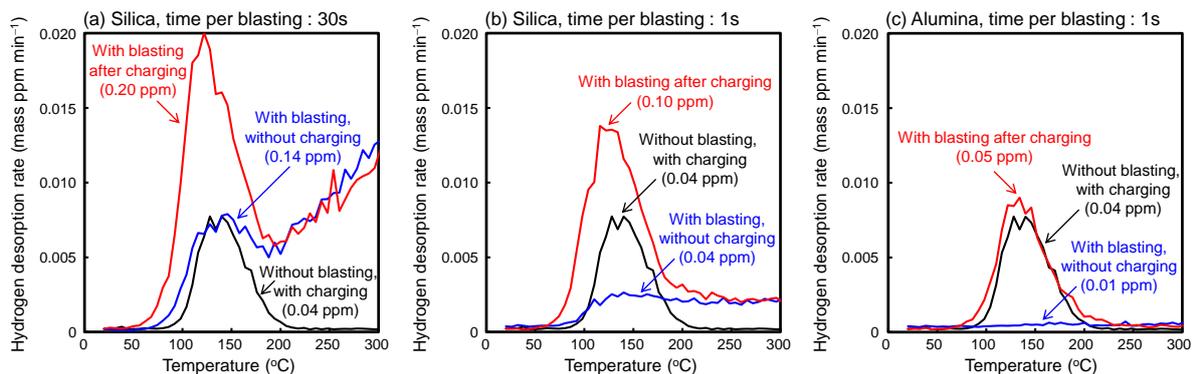


図 3-2.6.7-48. Hydrogen contents and hydrogen desorption profiles of non-corroded specimens with blasting, without blasting after charging, and with blasting after charging. (a) Silica B was used as abrasive with 30 s time per blasting. (b) Silica B was used as abrasive with 1 s time per blasting. (c) Alumina was used as abrasive with 1 s time per blasting. (Online version in color.)

腐食した鋼 (U 曲げ試験片) の錆を異なるブラスト方法で除去した場合の水素量測定結果を比較する。大気暴露試験後の U 曲げ試験片の頭頂部から 2 つの水素分析用試験片を切断して採取し、ブラスト方法を変化させて錆除去を行った。水素分析用の錆除去が不適切な比較例として、砥粒に珪砂 B を用いて 1 回あたりのブラスト時間を 30 s として脱錆した場合の水素分析結果を図 3-2.6.7-49 a に示す。適切な例として、アルミナを用いて 1 回あたりのブラスト時間を 1 s とした場合の水素分析結果を図 3-2.6.7-49 b に示す。大気暴露後の U 曲げ試験片と、U 曲げ試験片から切り出してブラスト処理を行った水素分析用試験片の外観写真を併せて示すが、ブラスト処理後は錆の残存は確認されなかった。砥粒に珪砂を用いた場合の水素量は 0.23 ppm であったが、これは併せて示す腐食していない試験片にブラスト処理を行った場合の水素量増加 (0.18 ppm) が暴露試験で侵入した水素量に畳重された結果である。これに対し、砥粒にアルミナを用いた場合の水素量は 0.05 ppm であり、繰り返しになるが本条件ではブラスト処理による水素量増加や水素逃散がほとんど起きないことが確認できているため、本値が腐食で侵入した本来の鋼中水素量であると考えられる。200 °C をピークとする水素放出は、曲げを行わなかった場合の 100 ~ 200°C 域の水素放出 (図 3-2.6.7-48) と比較して、高温側にピークシフトしている。これは U 曲げによって導入された転位、空孔などの格子欠陥によってより安定な高温側に水素トラップされ

たことと、水素の拡散速度が低下して昇温脱離試験中の水素放出が遅れたことが原因と考えられる。砥粒に珪砂とアルミナを用いた場合とでブラスト処理後の外観は同じような仕上がりであるが、水素量は大きく異なり、錆除去のためのブラスト方法がいかにその後の水素量測定結果に影響するかがわかる。このように、腐食した試験片の錆を除去する際にブラスト方法が不適切である場合は、ブラスト処理に伴う水素量増加によって、本来より過大に環境から入る水素量を評価してしまう。環境から入る水素量を過大に評価してしまうと、場合によっては使用環境を実態より過酷なものとして高強度鋼の適用可否を見誤ってしまう問題がある。

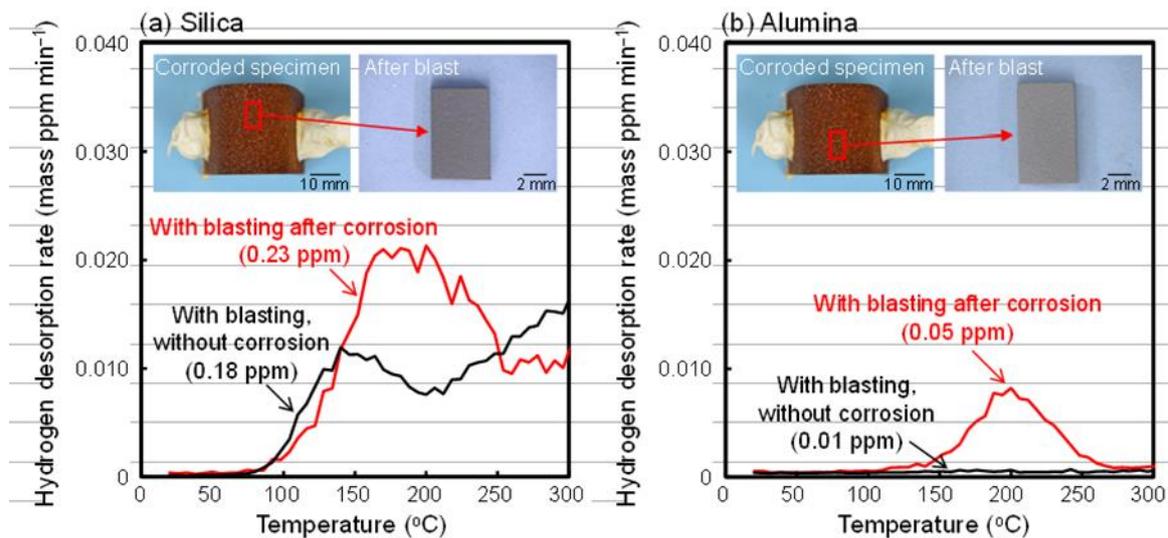


図 3-2.6.7-49. Hydrogen contents and hydrogen desorption profiles of the corroded U bend specimen after blasting and the non-corroded specimen after blasting. (a) Silica B and (b) alumina were used as abrasives. (Online version in color.)

本研究では、腐食環境における侵入水素量の定量評価技術確立を目的に、鋼の水素侵入に及ぼすスケール除去方法(ブラスト処理)の影響を調査し、鋼中水素量を正しく評価するためのブラスト処理を確立した。腐食した鋼の水素量を精緻に測定するための水素量測定方法を提供するものであり、今後さらなる発展が予想される高強度鋼の水素脆化研究に活用されることを期待している。

(3) 参考文献

- 1) T. Iwata: *Koberunikusu*, **47** (2017), 17 (in Japanese).
- 2) M. Kawamori, W. Urushihara and S. Yabu: *ISIJ Int.*, **61** (2021), 1159.
- 3) Y. Ishiguro, K. Fujimura, S. Ootsuka and A. Kobayashi: *Trans. Jpn. Soc. Spring Eng.*, **63** (2018), 27 (in Japanese).

【尼崎分室 日本製鉄】

(1) 背景及び目的

自動車用鋼板として適用が想定される TS1500MPa 級の高強度鋼において、水素脆化の破壊形態やその機構、破壊発生の支配因子やクライテリアは不明確であり、破壊発生の危険性を適正に評価する技術も確立されていない。水素脆化における破壊は一般的に引張応力、環境（水素濃度）、材料が支配的な因子であると考えられているため、単純な応力負荷方法である一軸引張試験を用いて水素脆化破壊の発生挙動を調査することで、破壊発生条件の絞り込みを行い、評価方法や条件の提案に繋げることを目的とした。

具体的には、種々の形状の異なる切欠付き板状引張試験片を用いて陰極水素チャージ下で低ひずみ速度引張試験を実施し、破断強度や破面形態に及ぼす試験片形状、ひずみ速度、水素濃度、材料組織の影響を評価することで、高強度自動車用鋼板の水素脆化特性評価に適した評価条件を検討した。引張公称応力と平均水素濃度、ならびに局所の最大主応力と水素濃度を主要な影響因子と考えて考察を行うと共に、その考察のために破断発生箇所の破断時における応力、ひずみ状態を FEM 解析で評価し、その解析結果を局所的な水素集積度の見積りにも用いた。

(2) 実験方法および結果

(2-1) 引張試験と水素分析

JIS 規格の SCM435 焼入れ焼戻し鋼を供試鋼として用いた。規格における化学成分の中央値は 0.35C-0.25Si-0.75Mn-1.05Cr-0.22Mo (wt%) である。供試鋼の YS は 1416 MPa、TS は 1548 MPa であり、組織は焼戻しマルテンサイト組織を呈する。引張試験のため図 3-2.6.7-50 に示す両側に U 形切欠きを有する板状引張試験片を採取した。最小板幅 $2b = 1.3 \text{ mm}$ 、切欠き深さ $d = 0.35 \text{ mm}$ は共通とし、切欠き底の曲率半径 $\rho = 2.50, 0.35, 0.10, 0.05 \text{ mm}$ 、さらに板厚 $t = 0.5, 1.0, 2.0 \text{ mm}$ となる、形状の異なる試験片を準備した。図 3-2.6.7-50 中の応力集中係数 α は、FEM 解析を行い、低公称応力条件における切欠き底の応力増加挙動から求めた数字である。

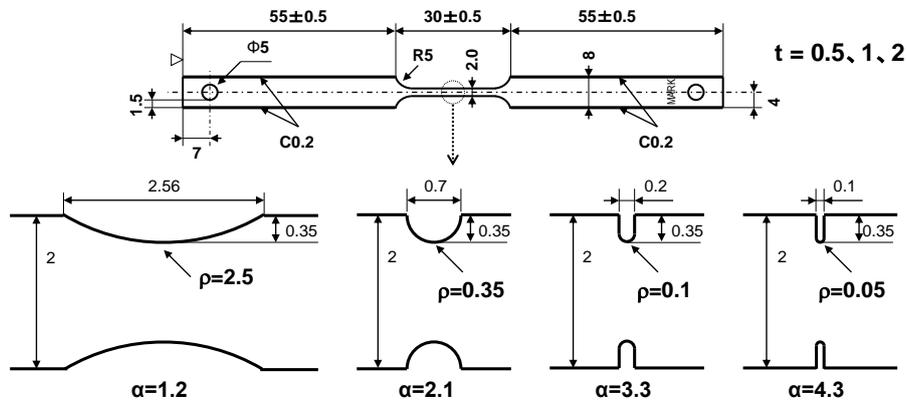


図 3-2.6.7-50 両側 U 形切欠きを有する板状引張試験片

同試験片を用いて大気中ならびに陰極水素チャージ条件下で低ひずみ速度引張試験

を実施した。陰極水素チャージ条件は、3% NaCl 水溶液、ならびに 3% NaCl 水溶液に対し水素侵入促進剤として 3g/L NH₄SCN を添加した溶液を用い、電流密度は 0.1 mA/cm² とした。引張開始前に 1h のプレチャージを行い、その後試験機のクロスヘッド速度を 0.006 mm/min として、水素チャージを継続しながら試験片が破断するまで引張を行った。試験温度は室温である。陰極水素チャージは電流密度制御で行ったが、試験片厚みが異なると表面積が異なるため、切欠き部は無視して試験片形状から表面積を計算した。t = 0.5 mm の試験片に対しては接触面積 3.5 cm²、t = 1 mm の試験片に対しては接触面積 4.0 cm²、t = 2 mm の試験片に対しては接触面積 4.8 cm² と計算された。

同供試鋼から 3T x 10W x 40L mm の小型平板試験片を別途準備し、応力負荷をすることなく、引張試験と同じ陰極水素チャージ条件で 24h 保持した後、速やかに水素分析に供した。水素分析においては、ガスクロマトグラフィー (GC) を用いた昇温水素分析装置 (TDA) を用い、水素チャージ後試験片を常温から 100 °C/h で 400 °C まで昇温し、放出された水素のプロファイルから、常温拡散性と考えられる 200 °C 以下で放出された水素量を用いて水素濃度を計算した。

水素チャージ後の水素分析結果を図 3-2.6.7-51 に示す。各水素チャージ条件に対し n=2 で試験実施したが、ともに大きな差は確認されなかった。3% NaCl 水溶液では水素濃度は約 0.11 wppm であり、3% NaCl 水溶液に 3g/L NH₄SCN を添加した溶液では水素濃度は約 2.0 wppm であった。NH₄SCN の添加により室温時点から高い水素放出が確認されたが、これは吸蔵された水素量の増加によって、より不安定な水素トラップサイトまで水素が充填され、低温側から水素放出が始まったためと考えられる。

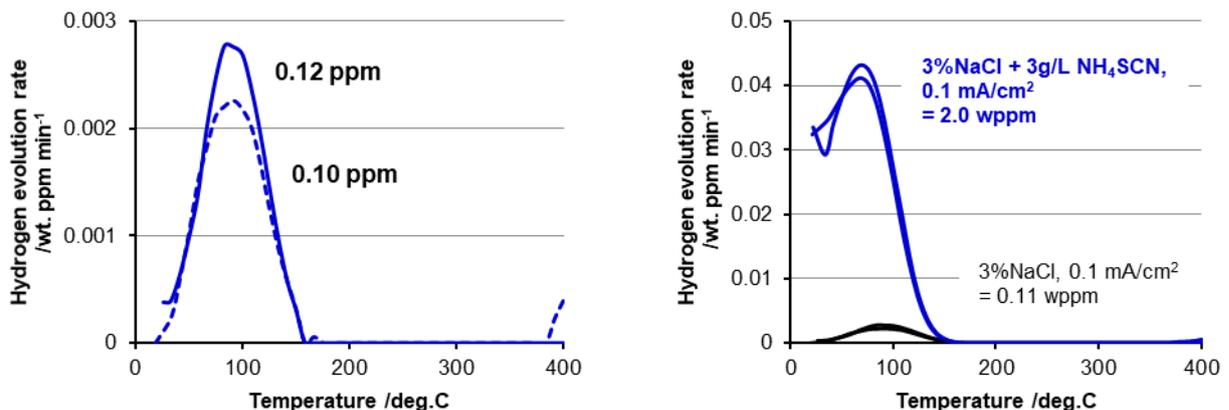


図 3-2.6.7-51 TDA で測定した水素プロファイルと水素濃度

(供試鋼 : SCM435、溶液 : 3%NaCl aq (左)、3% NaCl aq + 3g/L NH₄SCN (右)、電流密度 : 0.1 mA/cm²)

引張試験結果として、各試験片形状、環境条件における、破断に至るまでの最大公称応力を図 3-2.6.7-52 に示す。最大公称応力を計算する際、引張に伴う試験片の絞りの影響は考慮せず、初期の断面積で計算した。水素濃度の増加に従い、破断を生じる公称応力が低下することは容易に予想された結果であり、応力集中係数 α が 3.3 を超

える条件ではその通りの結果であったが、 α が 2.1 以下となる条件では、必ずしも公称応力の低下が確認されなかった。 $\alpha = 1.2$ の条件では高水素濃度下であっても明確な公称応力の低下は確認されず、 $\alpha = 2.1$ の条件では試験毎に破断時の公称応力に大きなばらつきが確認された。

同一の試験片形状で得られた大気中ならびに水素チャージ中の最大公称応力を用いて、水素脆化度を【水素チャージ条件最大公称応力／大気中の最大公称応力】と定義し整理した結果を図 3-2.6.7-53 に示す。 α が 3.3 を超える条件においては、低水素濃度下と同様に、水素脆化度での評価を行うことで、試験片厚みの影響が小さくなることが確認され、厚みの異なる試験片を用いた結果の整理に活用できることがわかった。

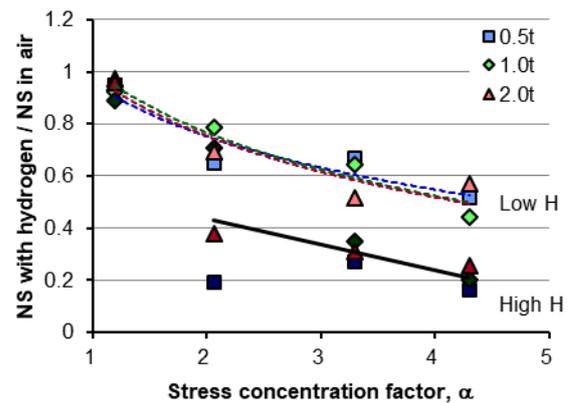
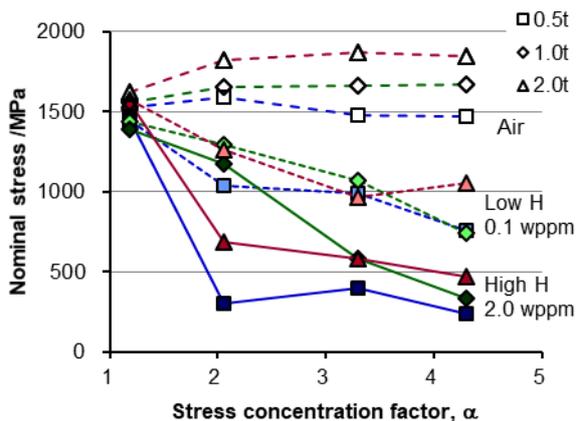


図 3-2.6.7-52 大気中と水素チャージ中の最大公称応力に及ぼす試験片厚みと応力集中係数の影響
図 3-2.6.7-53 水素脆化度に及ぼす試験片厚みと応力集中係数の影響

低ひずみ速度引張試験で得られたクロスヘッド変位—公称応力の関係を図3-2.6.7-54、図3-2.6.7-55に示す。図3-2.6.7-54は大気中の結果、図3-2.6.7-55は低水素濃度条件の結果である。高水素濃度条件では低水素濃度よりもさらに早期に破断するため変位—公称応力の関係図は割愛する。大気中において $\alpha = 1.2$ 、 2.1 の条件では最大公称応力に到達した後、低下する傾向が見られ、 $\alpha = 3.3$ 、 4.3 の条件では最大公称応力到達時に破断が生じた。水素チャージ条件において $\alpha = 1.2$ の条件では大気中と同様のクロスヘッド変位—公称応力関係を示しているように見えるが、伸びに加え最大公称応力も若干低下した。また $\alpha = 2.1$ 、 3.3 、 4.3 の条件においても、マクロなクロスヘッド変位—公称応力の関係は変化せず、単純に早期に破断するという傾向が確認された。ちなみに板厚の増加に伴い、クロスヘッド変位増加による応力上昇が緩やかとなっており、試験片平行部以外の伸びが加算された結果と推定される。従って、クロスヘッド変位制御の場合は、板厚や平行部断面積によって切欠き底の厳密なひずみ速度は異なることになることにも留意が必要である。本検討で選択したクロスヘッド変位速度条件は、十分な水素脆化が生じる遅い速度条件を選択しているため、結果への影響は小さいと考えてよい。

大気中ならびに水素チャージ下で実施した引張試験後の試験片に対し、破面のSEM観察を行った結果を図3-2.6.7-56～3-2.6.7-58に示す。大気中の試験後試験片では、破

線で囲んだ領域において、大きな塑性変形が原因と考えられるディンプルを伴う破面形態が確認され、この領域で割れが発生し、初期の進展が生じたと考えられる（図3-2.6.7-56）。 α が2.1を超える試験片では、切欠き底あるいはその近傍から割れが発生したと考えられるが、切欠き底における塑性ひずみが最も大きいことから、破壊発生に対し塑性ひずみ量が支配的であると考えられる。 $\alpha = 1.2$ でのみ試験片の中央部から割れが発生したことになるが、 α の低い試験片では最終的に塑性ひずみが最も大きい領域が試験片の中央部となるため、同様の理解が可能である。

図3-2.6.7-57に示した、低水素濃度下においては、実線で囲んだ領域において粒界破面の形成が確認された。粒界破面は α が2.1を超える試験片で確認され、図3-2.6.7-52に示した水素下引張試験において最大公称応力の低下が確認された条件と一致する。一方で、 $\alpha = 1.2$ の試験片では粒界破面はほぼ見られなかった。高水素濃度下では、実線で囲んだ粒界破面の領域が、低水素濃度下に比べやや拡大した。 $\alpha = 1.2$ の条件であっても一部で粒界破面が確認されたが、水素下引張試験で得られた最大公称応力は大気中の結果とあまり変わらず、き裂が発生しても進展しなかった、あるいは高い応力とひずみが付与された後に粒界破壊を生じたと考えられる。

なお大気中、水素チャージ下ともに、破面観察結果から破壊の起点は板厚中央部であると考えられる。後に説明する、FEM解析からは最大主応力、応力三軸度、塑性変形後の相当塑性ひずみの全てが板厚中央部で高い結果となっており、これらの一部あるいは全てが破壊発生の支配因子であると予想される。

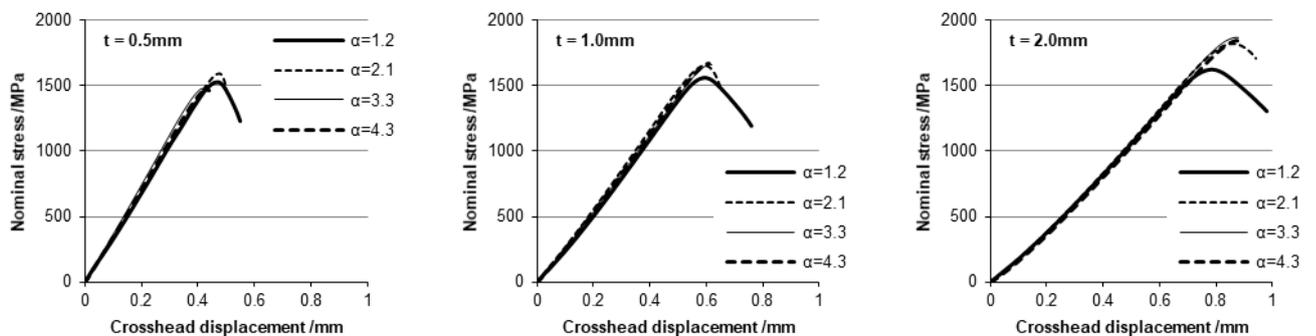


図3-2.6.7-54 大気中SSRTで得られたクロスヘッド変位—公称応力の関係

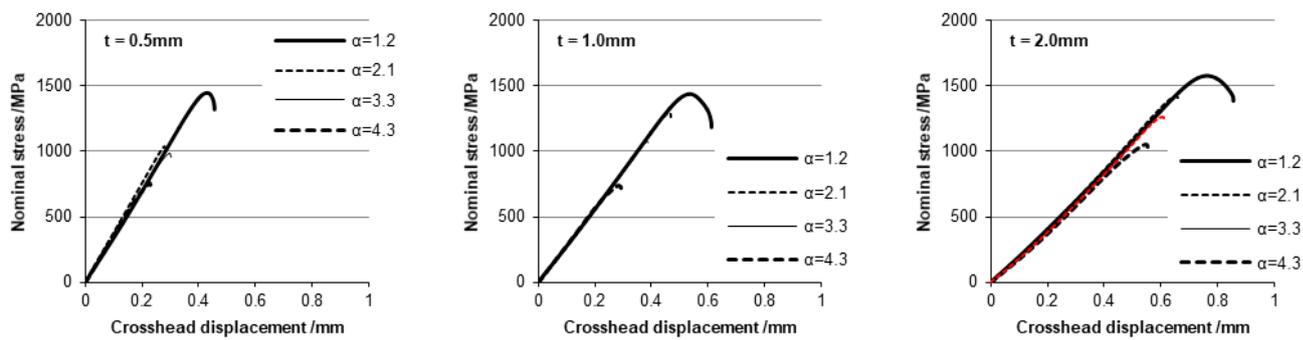


図3-2.6.7-55 水素チャージ条件SSRTで得られたクロスヘッド変位—公称応力の関係

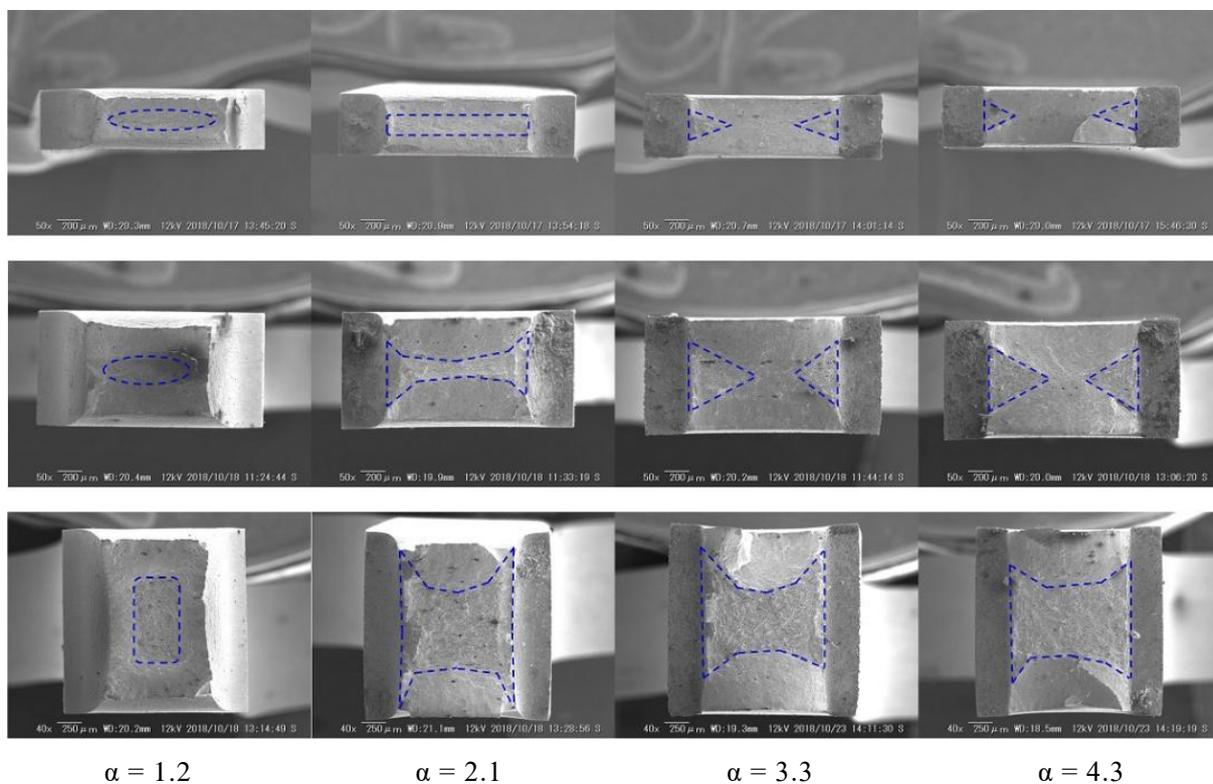


図3-2.6.7-56 大気中における破断後試験片の破面撮影結果(上 : 0.5mmt、中 : 1.0mmt、下 : 2.0mmt)

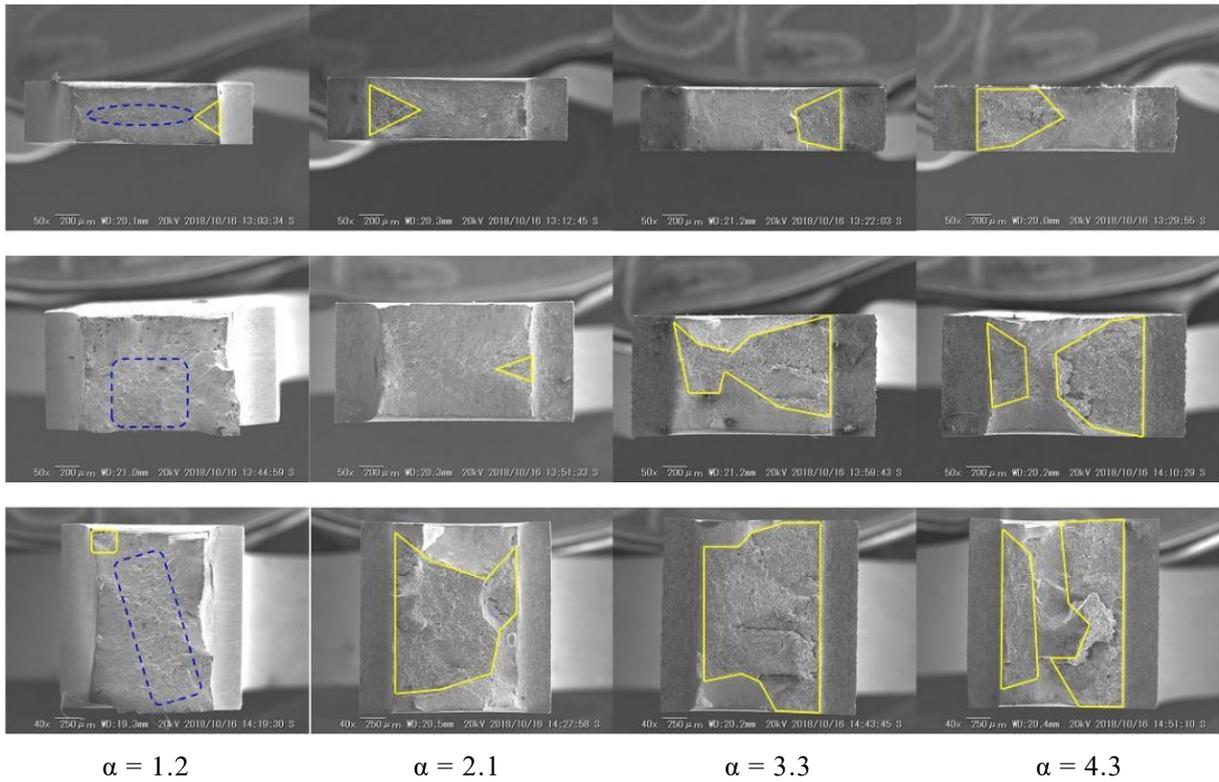


図3-2.6.7-57 低水素中における破断後試験片の破面撮影結果（上：0.5mm、中：1.0mm、下：2.0mm）

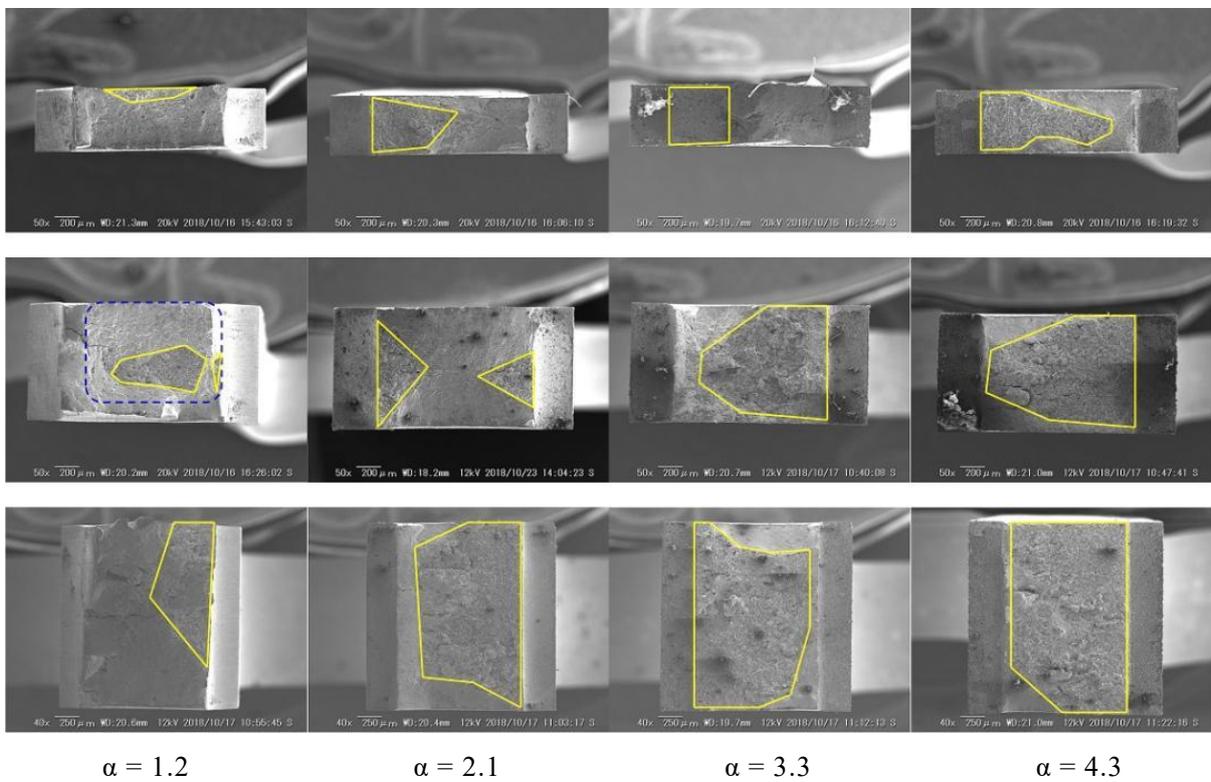


図3-2.6.7-58 高水素中における破断後試験片の破面撮影結果（上：0.5mm、中：1.0mm、下：2.0mm）

(2-2) 引張試験片の FEM 解析

図3-2.6.7-50に示した切欠き形状（応力集中係数）ならびに試験片厚みを変えた、両側にU形切欠きを有する板状引張試験片に対し、引張試験中の応力・ひずみ挙動をFEMで解析した。解析においては、低ひずみ速度引張試験での評価同様、SCM435鋼を供試鋼とし、図3-2.6.7-59に示す応力-ひずみ曲線を元に解析材の応力-ひずみ関係を決定した。公称応力 σ_n -公称ひずみ ϵ_n 関係の弾性領域から、ヤング率 E を求めたところ、 $E = 204 \text{ GPa}$ であり、計算にはその値を用いるとともに、ポアソン比は $\nu = 0.3$ を用いた。一方、真応力 σ -塑性ひずみ ϵ 関係は、Swiftの式によって表現されるものとした。

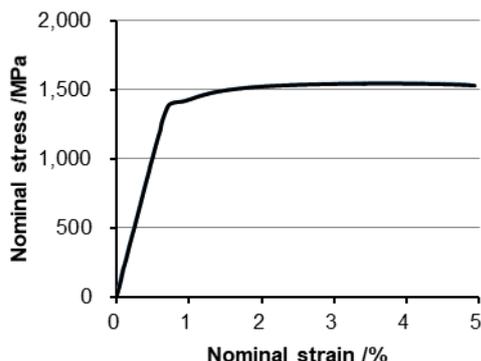


図3-2.6.7-59 供試鋼（SCM435鋼）のS-S曲線

FEM 解析より得られる最大相当塑性ひずみ $(\epsilon_p)_{\max}$ が、引張破断延性 D_p 以上となるまで引張試験片モデルを引っ張ることとした。ここで単軸引張試験から得られた供試材の破断絞り $\phi = 0.55$ であったため、下記の関係から最大負荷は $(\epsilon_p)_{\max} \geq 0.8$ とした。

$$D_p = -\ln(1 - \phi) \approx 0.8$$

解析に用いたソフトウェアについて、解析ソルバは MSC Software 社の Marc 2016.0、解析モデル作成および結果処理は同社の Marc Mentat 2016.0 である。切欠き付板状引張試験片は対称性より 1/8 領域を 3次元ソリッドモデル化した。一例として図 3-2.6.7-60 に $t = 1 \text{ mm}$ 、 $\rho = 2.5 \text{ mm}$ の条件における解析モデルの要素分割図を示す。試験片のつかみ部の長さは 2 mm とし、引張方向の 1/2 対称面からモデル端面までの長さを 17 mm とした。切欠き付試験片の中心点（3つの 1/2 対称面の交点）を原点 C (0, 0, 0) とする直交座標 (X, Y, Z) を定義した。点 A、B は切欠き底上に位置し、点 C、D は板幅中心上に位置する。

試験片モデルの境界条件については、以下の通りとした。 $\delta/2$ の付与に対して試験片に作用する公称応力 σ_n は、試験片モデル端面における X 方向反力の総和 $P/4$ 、ならびに、試験片の最小断面積 $2b t$ から、 $\sigma_n = P / (2b t)$ と求めた。なお、1/1 モデルにおいて、試験片モデル両端面の変位差を δ にするのに必要な荷重が P である。

- X 軸対称面 (YZ 平面) 上において、試験片引張 (X) 方向の変位を拘束
- Y 軸対称面 (ZX 平面) 上において、試験片幅 (Y) 方向の変位を拘束
- Z 軸対称面 (XY 平面) 上において、試験片板厚 (Z) 方向の変位を拘束

・モデル端面の全面に、X方向の強制変位 $\delta/2$ を付与することで、モデルを引っ張った。

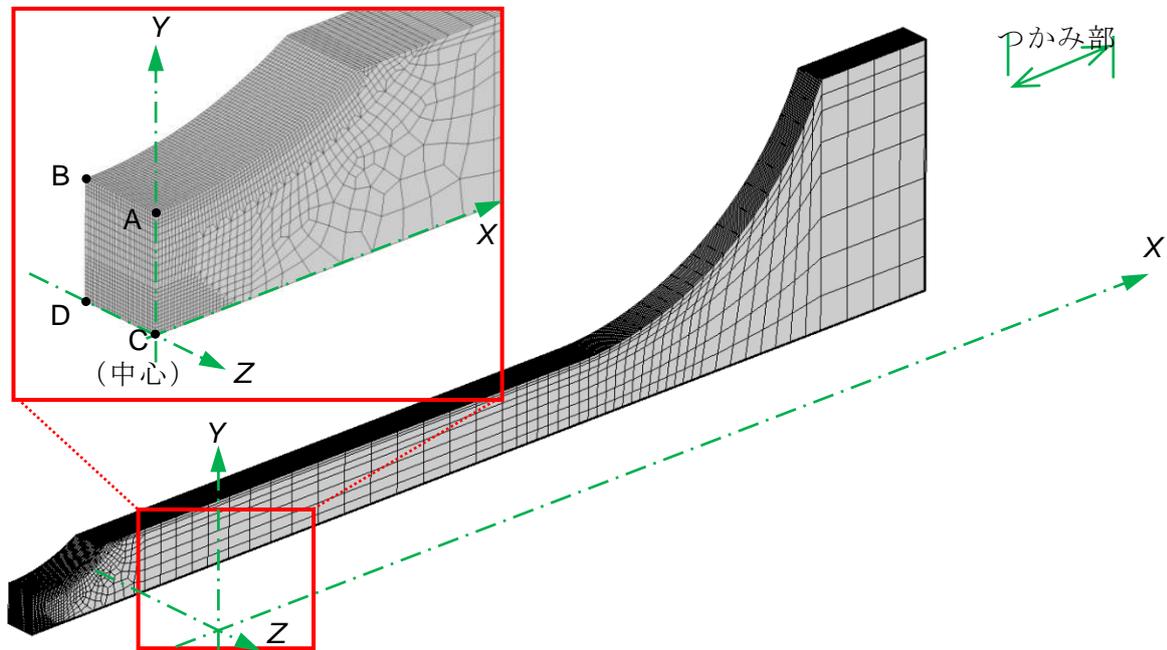


図 3-2.6.7-60 切欠き付板状引張試験片の要素分割 ($t = 1 \text{ mm}$ 、 $\rho = 2.5 \text{ mm}$)

FEM 解析の結果、弾性領域の低応力条件において切欠き底の点 A で最大引張応力 $(\sigma_1)_{\max}$ が発生した。弾性領域における $(\sigma_1)_{\max}$ と公称応力 σ_n より、応力集中係数 $\alpha_{\text{FEM}} = (\sigma_1)_{\max} / \sigma_n$ を求め表 1 に示すとともに、参考文献からも応力集中係数を求め、表 3-2.6.7-5 に記載した。

表 3-2.6.7-5 弾性領域の FEM 解析結果から求めた応力集中係数と文献による応力集中係数

	両側に U 形切欠きを有する板材の ρ (mm)			
	2.50	0.35	0.10	0.05
本報 α_{FEM}	1.19	2.06	3.30	4.30
H. Neuber ^[1]	1.16	1.84	2.97	3.99
西田 ^[2]	1.20	1.95	3.05	3.97

試験片モデルに付与した変位と公称応力との関係を図 3-2.6.7-61 に示す。板厚が同じ条件下では、応力集中係数の増加に伴い公称応力の最大値は大きくなり、破断時の伸びは低下した。この傾向は図 3-2.6.7-54 に示した大気中 SSRT と同様であるものの、薄肉試験片 ($t = 0.5 \text{ mm}$) を用いた試験では応力集中係数の増加に伴う公称応力最大

値の増加は認められない。また応力集中係数が同じ条件下では、板厚の増加に伴わずかに公称応力の最大値は大きくなり、破断時の伸びは低下した。

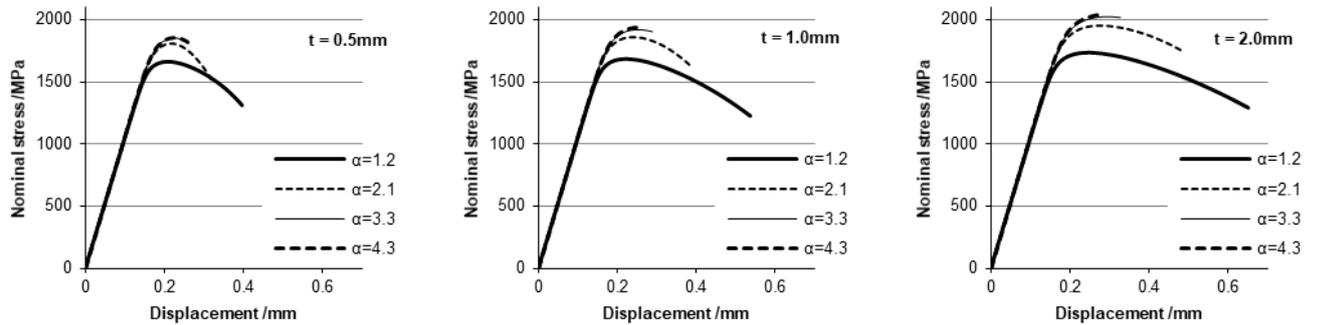


図3-2.6.7-61 FEM解析で得られた各試験片形状における変位－公称応力の関係

図 3-2.6.7-62 に各試験片の $(\epsilon_p)_{\max} = 0.8$ の条件における相当塑性ひずみ分布を示す。この条件は大気中で試験片が破断する条件に近い条件であると考えられる。切欠き半径が小さく応力集中係数が大きい試験片ではひずみは切欠き底に集中しており、切欠き底が破壊の起点となると考えられるが、切欠き半径が大きく応力集中係数が小さい試験片では、ひずみが最も高いのは試験片の中央部であり、内部から破壊が発生し進展すると考えられる。

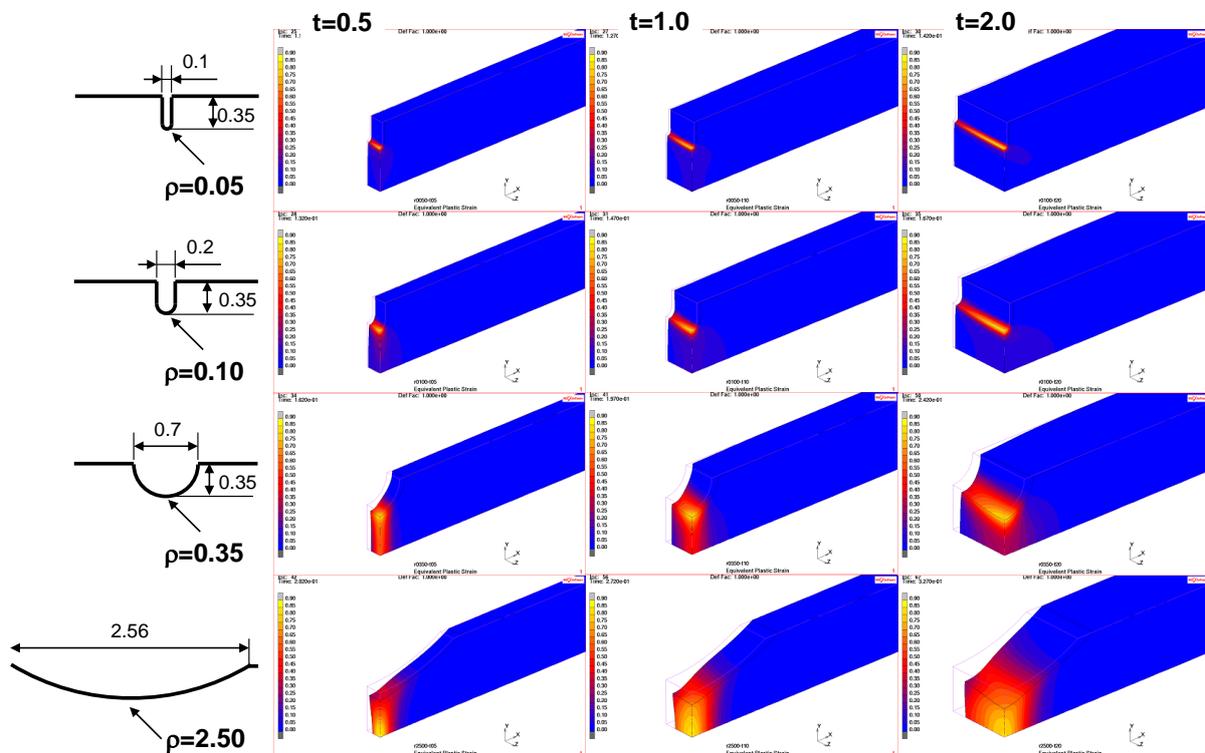


図 3-2.6.7-62 各種試験片の相当塑性ひずみ分布（最大相当塑性ひずみ = 0.8）

低ひずみ速度引張試験で得られた破壊時の公称応力から、応力集中係数が比較的高い条件においては、水素存在状態では塑性変形の開始から間もなく水素脆化破壊が発生していると考えられる。そこで、塑性変形開始時における最大主応力と相当塑性ひずみ分布をそれぞれ図 3-2.6.7-63、3-2.5.7-64 に示す。応力集中係数が高い条件では切欠き底での高い最大主応力が水素脆化の原因となっており、またそれに伴う塑性変形が助長している可能性がある。一方で応力集中係数が低い試験片では切欠き底での応力や塑性変形の集中が緩和されており、水素存在状態でも切欠き底では破壊につながらなかったと考えられる。

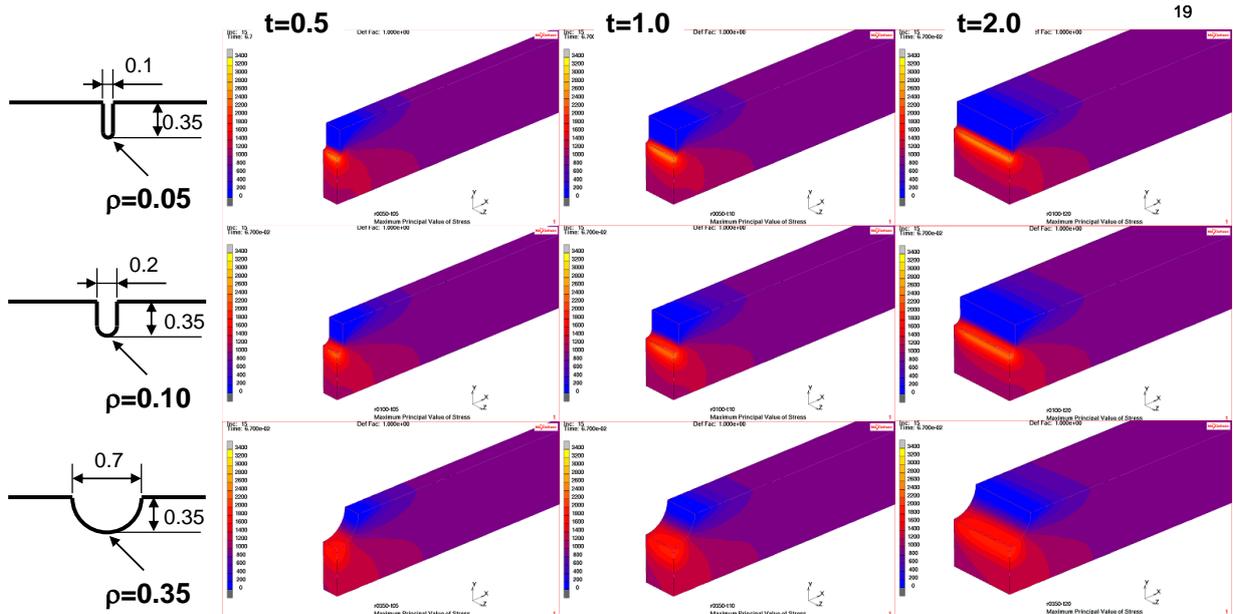


図 3-2.6.7-63 各種試験片の最大主応力分布（塑性変形開始時）

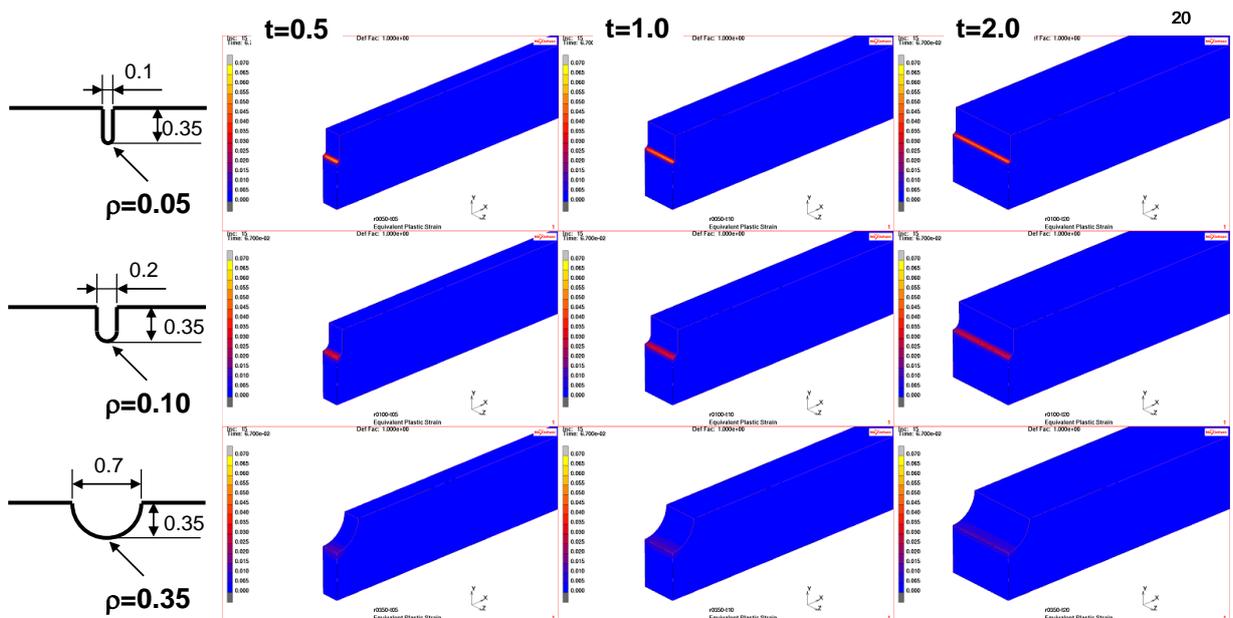


図 3-2.6.7-64 各種試験片の相当塑性ひずみ分布（塑性変形開始時）

(2-3) 水素脆性破壊の発生条件に関する考察

水素脆性破壊は主に粒内（擬へき開）割れと粒界割れに分けられ、粒界割れに分類される割れの中でも、露出した粒界上において鋸状模様を呈し、塑性変形の寄与が疑われる場合と、滑らかな粒界面を呈し、塑性変形の寄与が見られない場合がある。これらの破壊形態の全てに対し、単一の機構で説明することは難しく、複数の破壊機構が個別にあるいは関連しながら存在していて、ある機構における破壊の条件を満たした場合に水素脆性破壊が生じると考えるのが自然である。なお、水素脆性破面の大部分は、き裂進展の結果であり、き裂進展時の応力ならびに水素の条件はき裂発生条件とは異なることがあるため、き裂発生条件の見極めこそが重要である。本検討で用いた供試鋼ならびに水素チャージ条件においては、破面観察の結果、粒界破壊が起点となっていると考えられたため、主に粒界破壊の発生条件について以下で考察を行う。

切欠き付き試験片を用いて引張応力負荷を行った場合には、切欠き底への応力集中が生じるため、応力やひずみ等の条件は当然試験片中で均一ではなく、加えて応力やひずみが最大となる領域も引張変位（公称応力）の増加に伴い変化（移動）していく。その変化の中で、試験片のどこかの領域で水素脆性破壊条件を満たした場合にき裂を生成し、さらにき裂進展の条件を満たした場合に試験片のマクロな破壊につながると考えられる。そのような観点で試験結果を見た場合に、 $\alpha = 1.2$ の試験片では大きな応力や塑性ひずみが付与されたとしても、試験片のどの部分においても水素脆性破壊の条件を満たしておらず、 $\alpha = 2.1$ の試験片に対し高水素濃度下で引張を加えた場合には、低い公称応力で破壊条件を満たす場合と、高い公称応力まで条件を満たさない場合があることになる。

図3-2.6.7-65～3-2.6.7-67に、 α が2.1を超える試験片において水素脆性破壊が発生した公称応力（に近い）条件のFEM解析結果を抽出し、その最大主応力と応力三軸度の分布を示した。安定して水素脆性破壊を生じた $\alpha = 4.3$ 、 3.3 の結果から考察を行う。高水素濃度下では、切欠き底表面における最大主応力が最も高く、表面での塑性変形が生じる前に破壊が生じていることがわかる。最大主応力は表面からの距離に応じて極端に減じていくことから、破壊の起点は表面が最も疑わしく、内部で発生する場合においても表面近傍（～0.02 mm程度）であると考えられる。この結果から、「高水素濃度下では、塑性変形が生じなくても、1200～1500MPa程度の最大主応力が負荷されることで水素脆性破壊が生じる」と一見結論付けられる。しかしながら、これが破壊条件であるならば、 $\alpha = 1.2$ の試験片でも条件を満たす公称応力条件が存在することになるが、実際には破壊は生じていない。公称応力が上昇すれば、単純に最大主応力、塑性ひずみは増加し、欠陥生成に伴う局所の水素濃度の増加も想定されるが、応力三軸度のみ影響が小さくほぼ一定の値を取り、また $\alpha = 1.2$ では切欠き底近傍における応力三軸度は1.0～1.1程度と今回採用した試験片で最も小さい。従って、水素脆性破壊においては応力三軸度が最低でも1.2～1.5程度は必要であると考え、今回の結果が説明できる。ちなみに応力三軸度の増加は静水圧応力の増加につながり、局所の水素濃度を増加させる効果があるため、単純に水素濃度への寄与とも考えられるが、 $\alpha = 1.2$ の試験片では塑性変形を生じて局所水素濃度が高まった後にも破壊が生じていないことから、重要なのは応力的な影響であると考えている。また、水素濃度を増加させる

効果であるならば、応力三軸度の高い厚肉試験片においては低い最大主応力条件で破壊が生じてもよいように思われるが、実際には逆の傾向があり、この点も問題である。破壊が生じる最大主応力が薄肉試験片ほど小さくなる原因については、き裂の発生自体は同じ応力条件で起こっているが、き裂進展の条件を満たす際に厚肉試験片では遅延が生じている可能性を考えている。試験片が厚くなるほど断面積は大きくなり、発生したき裂サイズが同じであると仮定すると、き裂発生に伴う周囲の応力あるいは応力拡大係数の増分は小さいことになり、き裂の進展は遅延することから、マクロな破壊が観測される公称応力は高くなるという考え方である。ただし今回の検討結果では、裏付ける結果は得られていないため、原因を明確化するためには更なる検討が必要である。

低水素濃度下においてもまず $\alpha = 4.3$ 、 3.3 の結果をみると、切欠き底表面は塑性変形を生じ、最大主応力箇所は肉中 $0.02 \sim 0.05$ mmの位置に移行した後に破壊しており、それ以前には破壊の条件を満たすことが出来ていない。上述の応力三軸度については試験片内部では十分に高いことから、水素濃度が低く破壊条件を満たすために高い最大主応力が必要になったと予想される。加えて、主に切欠き底で塑性変形が開始した条件で水素脆性破壊が生じており、塑性変形に伴う局所の水素濃度を高める効果も重畳して影響すると考えられる。 $\alpha = 2.1$ の試験片では、表面領域の塑性変形に伴い、最大主応力箇所は肉中 0.10 mmの位置まで移行しており、より内部でのき裂発生が予想される。

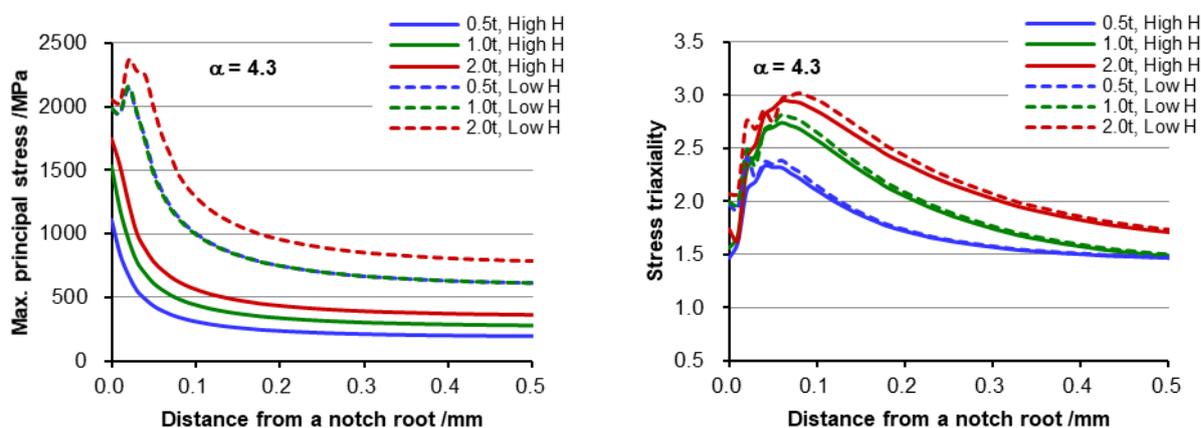


図3-2.6.7-65 水素脆性破壊時の引張試験片における最大主応力と応力三軸度の分布 ($\alpha = 4.3$)

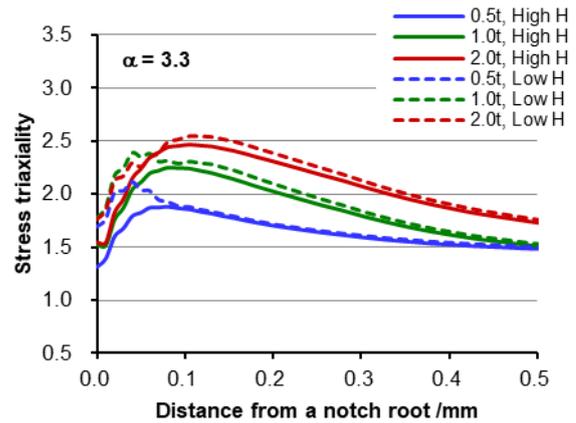
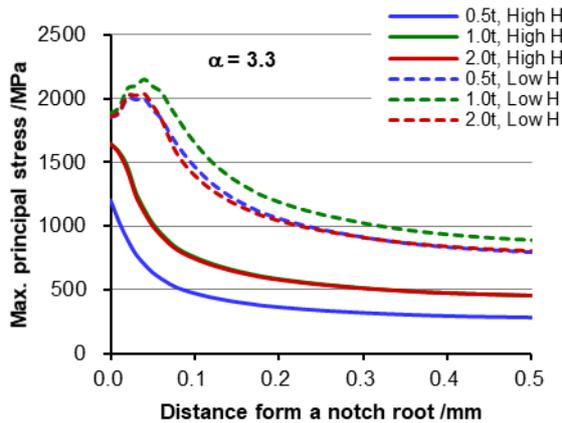


図3-2.6.7-66 水素脆性破壊時の引張試験片における最大主応力と応力三軸度の分布 ($\alpha = 3.3$)

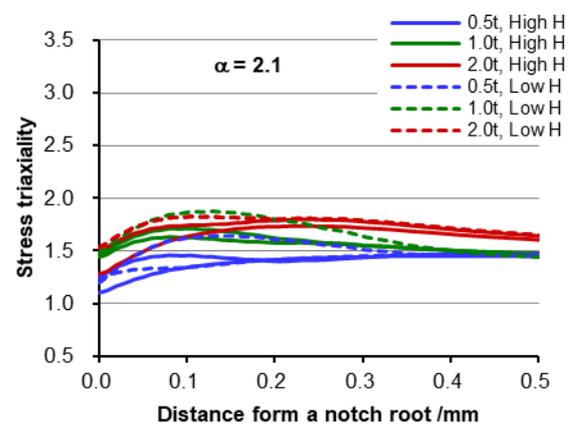
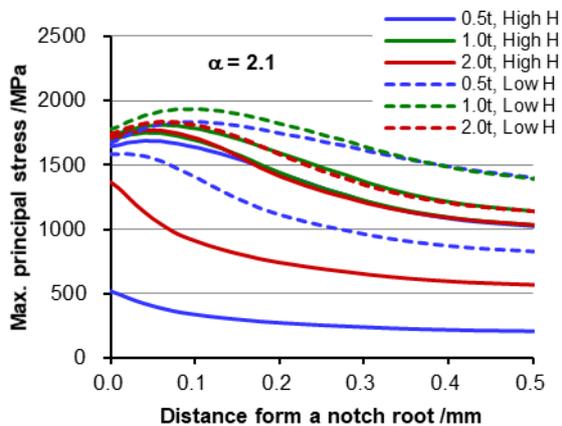


図3-2.6.7-67 水素脆性破壊時の引張試験片における最大主応力と応力三軸度の分布 ($\alpha = 2.1$)

破壊の条件として塑性変形による転位生成や転位移動が必須かどうかについては、ここまでの考察では明確ではなかった。高水素濃度下ではFEM解析上、塑性変形は生じていないものの、ミクロな領域における塑性変形は生じている可能性があり、塑性変形が関与しない割れであると断ずることは出来ない。また低水素濃度下で水素脆性破壊を生じる高い最大主応力を達成できるのは、拘束の強い試験片の内部であって、その領域で高い最大主応力を達成した際には、表層近傍は既に塑性変形を生じており、影響の分離が出来ない。

切欠き付き試験片を用いて引張応力負荷を行った場合には、切欠き底で塑性変形が開始するまでは表面の主応力が最も高く、塑性変形の発生により主応力最大箇所は内部に変化する。その変化の中で、試験片のどこかの領域で水素脆性破壊条件を満たした場合にき裂を生成し、さらにき裂が進展した結果、マクロな破壊につながると考えられる。ここでは引張試験で破壊が発生した時点での FEM 解析結果から、最大主応力箇所の主応力と水素濃度に着目して整理を行い、図 3-2.6.7-68 に示した。局所の水素濃度に関しては、平均水素濃度と静水圧応力から計算した。なお破壊時の最大主応

力箇所は、高水素濃度下では表面、低水素濃度下では表面から数十 μm 程度内側となった。この整理の結果、試験片厚みの増加に伴い、破壊発生条件は高応力側にシフトする傾向が得られた。その理由としては、き裂発生条件に差があるのではなく、き裂進展に伴う遅延が生じたためと考えられた。

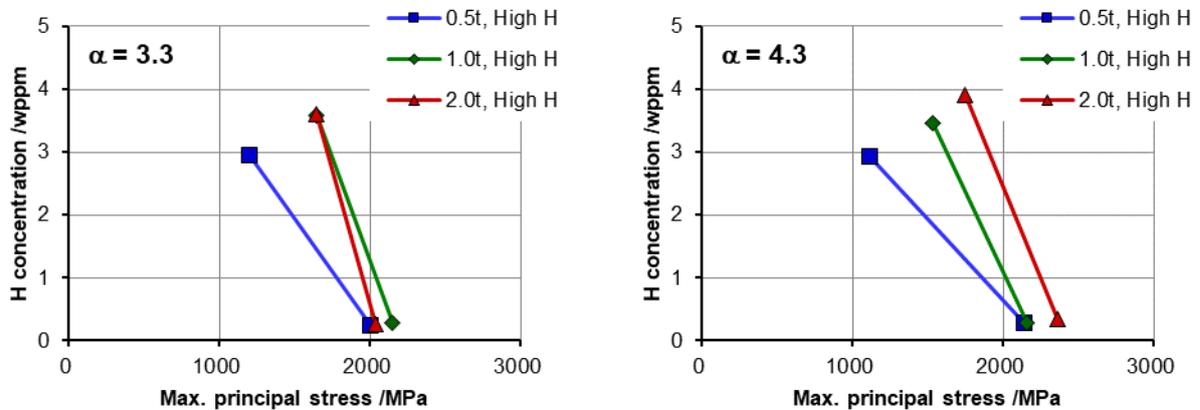


図 3-2.6.7-68 水素脆化破壊発生時の最大主応力×局所水素濃度

材料組織の影響については、本検討で確認された水素脆化破面が粒界破面的であることから、粒界炭化物の有無等が水素脆化に影響する可能性がある。また複相から構成される不均一な組織の場合には、FEM で評価するような均一な変形にならず、局所の応力状態が変動する可能性が高い。

(2-4) 水素脆化割れに及ぼす材料の引張特性と塑性予ひずみの影響

共試鋼である SCM435 に対し、再度焼入れ（焼戻し）を行い、応力ひずみ曲線の異なる材料を得た（図 3-2.6.7-69）。これら材料を用いて、両側に U 形切欠きを有する板状引張試験片を採取し、陰極水素チャージ条件下で SSRT を実施することで、破壊時の公称応力を導出した。陰極水素チャージ条件は、3% NaCl 水溶液に対し水素侵入促進剤として 3g/L NH_4SCN を添加した溶液を用い、電流密度は 0.1 mA/cm^2 とした。加えて、各応力ひずみ曲線を用いて FEM 解析を行い、破壊時の応力ひずみ条件を評価した。その結果を図 3-2.6.7-70 に示す。

焼き戻しの有無、温度によって応力ひずみ曲線を変化させているため、組織や水素濃度の影響が表れている可能性は否定できないが、降伏応力が低い材料ほど、低い最大主応力、高い相当塑性ひずみの条件で破壊が生じた。相当塑性ひずみが大きいということは転位の生成が多くなっており、その転位が特定の粒界や第二相粒子界面に集積した結果、FEM 解析結果に比べ局所的に高い応力集中と共に高い水素濃度条件を形成し、見かけの最大主応力が低い条件で破壊が生じたとも考えられる。自動車用鋼板ではプレス等により塑性予ひずみが加えられるが、その結果圧縮残留応力や降伏応力の上昇が生じた場合には、降伏するまでに外部から高い引張応力を必要とするため、結果として水素脆化破壊が生じる最大主応力が上昇することがあり得る。ただし、大きな塑性予ひずみによって表層で潜在き裂が生じたり、内部で第二相粒子界面剥離が生じたりいわゆる材料損傷が生じた場合には、水素脆化感受性が增大する恐れもあり、

供強に応じて考える必要がある。

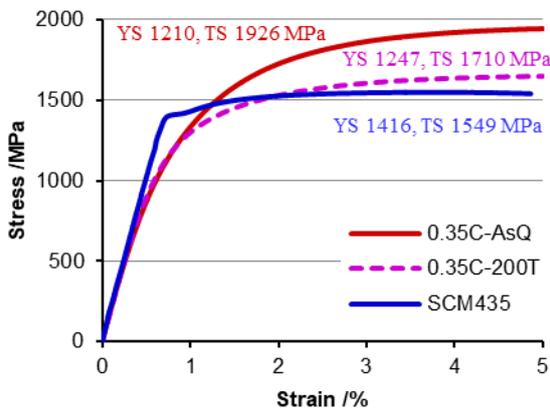


図 3-2.6.7-69 供試鋼（SCM435 鋼、再熱処理鋼を含む）の S-S 曲線

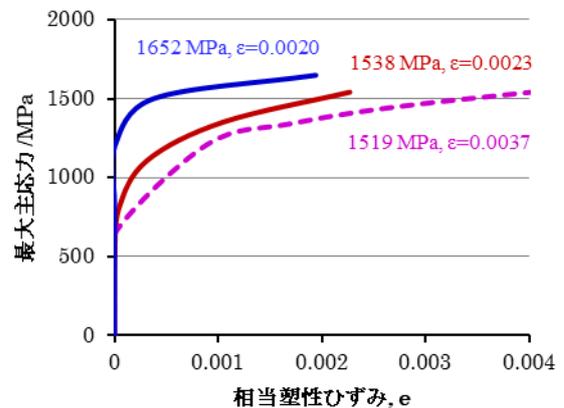


図 3-2.6.7-70 水素脆化破壊発生時の最大主応力×相当塑性ひずみに及ぼす材料の影響

(2-5) 各種因子の影響と水素脆化評価条件の提案

切欠付き引張試験片を用いて陰極水素チャージ下で低ひずみ速度引張試験を実施し、破断強度に及ぼす試験片形状、ひずみ速度、水素濃度、材料組織の影響を評価することで、自動車用鋼板の水素脆化特性評価に適した評価条件を検討した。その結果を以下に記載する。

自動車用鋼板に用いられる高強度鋼における水素脆化破壊は主に旧オーステナイト粒界破壊であって、特に大気腐食等で侵入する微量水素下での破壊は塑性変形を伴うことが多いと考えられる。この場合、水素脆化破壊の支配因子は応力集中部における局所の最大主応力と水素濃度であって、塑性変形がこれら応力や水素濃度を高める可能性がある。このような破壊を評価する方法として、応力負荷条件としては定荷重、定ひずみ、変動ひずみ等のような条件を用いても良いが、ひずみを試験中に変動させる場合には、破壊箇所への水素分配、集積に必要な時間を考慮し、十分に遅いひずみ速度での評価が望ましい。今回評価に用いた板状引張試験の場合には、表面近傍での割れを再現するため、比較的高い応力集中係数となる切欠きを付与した試験が望ましく、また厚みの異なる試験片で得られた結果は比較に適さない。比較をしたい場合には大気中引張試験を実施し、水素下の試験で得られた破断応力を大気中で得られた結果で除すことで、概ね同様の結果が得られるため、そのような形で比較するとよい。微小試験片を用いた評価では、き裂の発生の瞬間試験片の破断につながるため、より明確な破壊条件を導出できる可能性があるが、実験してみたところ破断応力のばらつきが大きい結果となり、試験片加工精度の問題があったと考えている。

(3) 参考文献

- 1) H. Neuber, “Kerbspannungslehre”, Springer (1957), ISBN: 978-3-540-67657-7, または、電子書籍版： DOI: <https://doi.org/10.1007/978-3-642-56793-3>.
- 2) 西田正孝, “応力集中 増強版”, 森下出版 (1973), ISBN: 978-4-627-94020-8, ま

たは，“応力集中 増補版（POD版）”，森下出版（2000），ISBN: 978-4-627-94029-1.

【千葉分室 再委託 東北大学】

(1) 背景及び目的

自動車の衝突安全性向上と車体軽量化による燃費向上が求められている。自動車用鋼板には 1180 MPa 級の高強度鋼板が用いられている。さらに、1470 MPa 級高強度鋼板はホットスタンピング技術を用いてフレーム部材に成形されて自動車用構造部材に用いられている。しかし、ホットスタンピングは専用設備で熱間プレス成形するため、新たな設備導入が必要となる。そのため、従来の冷間プレス成形によって自動車用構造部材を成形可能な 1470 MPa 級高強度鋼板が求められ、1470 MPa 級の超高強度と 20% の高延性を有する革新鋼板の開発を行っている。

高強度鋼は製造時や使用中の腐食反応により鋼中に侵入した水素によって機械的特性が低下する水素脆化が問題となっている。高強度鋼の水素脆化は、もともと橋梁に用いられる高強度ボルトで問題となったため、ノッチ付き丸棒を用いた定荷重試験、低ひずみ速度引張試験、および通常の引張試験によって評価され、評価方法が確立されている。現在、開発が進んでいる 1470 MPa 級自動車用高強度鋼板も水素脆化が問題となる。しかし、板材の水素脆化特性評価法は確立されていない。自動車用高強度鋼板は、冷間プレス成形を施して構造部材となるため、塑性ひずみが付与された状態で使用される。そのため、自動車用高強度鋼板の水素脆化特性は、微細組織、負荷応力、水素量に加えて、塑性ひずみの影響を考慮する必要がある。

本研究は、プレス成形様式のひとつである U 曲げ加工を施した高強度鋼板の水素脆化特性評価法を確立し、U 曲げ試験片の水素脆化特性に及ぼす応力、塑性ひずみ、水素量の影響を明らかにした。

(2) 実験方法および結果

(2-1) U 曲げ試験片の水素脆化特性評価法の検討^{1, 2)}

U 曲げ試験片中の水素量を段階的に増加させて水素脆化によるき裂が発生する限界の水素量を評価する手法の模式図を図 3-2.6.7-71 に示す。陰極水素チャージは電流密度や水素チャージ溶液を調節することで鋼中に侵入する水素量を比較的簡便に調節することができるため、陰極水素チャージを用いた。これは酸浸漬で起こる腐食や、それによるき裂の観察の阻害を避ける点でも有効と考えられる。

本手法ではある水素チャージ条件でき裂発生の有無を確認し、一定時間内にき裂が発生しなければ電流密度を増加させ（水素チャージ条件を高めて）、これを繰り返して水素脆化によるき裂が発生する限界の水素チャージ条件を求めるとともに、そのときの水素量を求める。

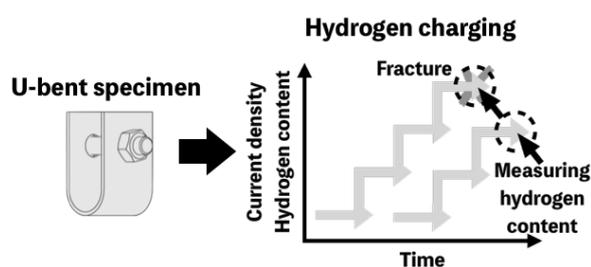


図 3-2.6.7-71 水素脆化試験時の電流密度変化の模式図

図 3-2.6.7-72 に U 曲げ - 水素脆化試験装置の概要図を示す。定電流装置 (galvanostat) により試験片をカソード分極して水素チャージを行った。対極には Pt 線を用いた。3 wt% NaCl 水溶液にチオシアン酸アンモニウム (NH_4SCN) を添加した溶液を水素チャージ溶液として用いた。水素チャージの再現性を目的として水素チャージ用アクリルセルをウォータージャケットで覆い、水素チャージ液を 30°C に保った。陰極水素チャージ中の水素脆化き裂をその場観察するためデジタルカメラを設置しインターバル撮影を行った。

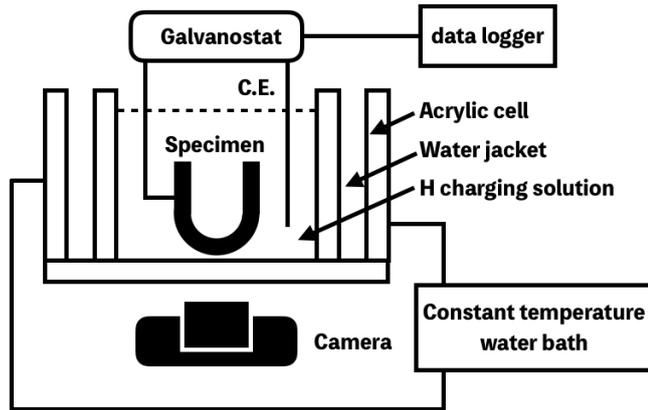


図 3-2.6.7-72 水素脆化試験装置の概

また、試験片と対極間の電圧をデータロガーによって記録し、き裂発生の瞬間の検出を行った。一定時間水素チャージしてもき裂発生が見られない場合、電流密度を上昇させて鋼中にチャージされる水素量を増加させ、これを段階的に繰り返してき裂が発生する条件を求めた。2つの試験片を用いてき裂発生が見られた試験片、およびき裂の発生が見られた1段階手前の水素チャージ条件の試験片のそれぞれから水素分析試験片を切り出し、水素昇温脱離分析によって水素量の測定を行なった。水素脆化き裂が発生しない場合の拡散性水素量の最大値を限界水素量と定義した。

図 3-2.6.7-73 に SCM435M 鋼の曲げ半径 10 mm、負荷応力 1000 MPa の U 曲げ試験片で水素脆化特性を評価した場合の試験片と対極間の電圧をモニタリングした結果を示す。水素チャージに用いた溶液は 3 wt% NaCl + $0.03 \text{ g L}^{-1} \text{ NH}_4\text{SCN}$ である。試験開始から約 8 h 後に電流密度を上昇させたため電圧が急激に低下した (絶対値は増加した)。また、約 12 h にて電圧の急激な上昇が観察された。この電圧変動のタイミングをインターバル撮影の結果と照合すると、き裂発生と一致したためき裂発生を原因とした電圧変動と考えられる。このことは試験片と対極間の電圧をモニタリングすることによってき裂発生の検出が可能であることを示している。

インターバル撮影によって観察した U 曲げ試験片の水素脆化によるき裂発生と進展挙動の例を図 3-2.6.7-74 に示す。曲げ半径 10 mm、負荷応力 1000 MPa の SCM435M の U 曲げ試験片に 3 wt% NaCl 水溶液中、電流密度(a) 300 A m^{-2} および(b) 30 A m^{-2} で水素チャージを行った。いずれの条件でも試験片の幅方向の中央部で初期き裂が観察され、時間経過とともに幅方向外側に進展する様子が観察された。

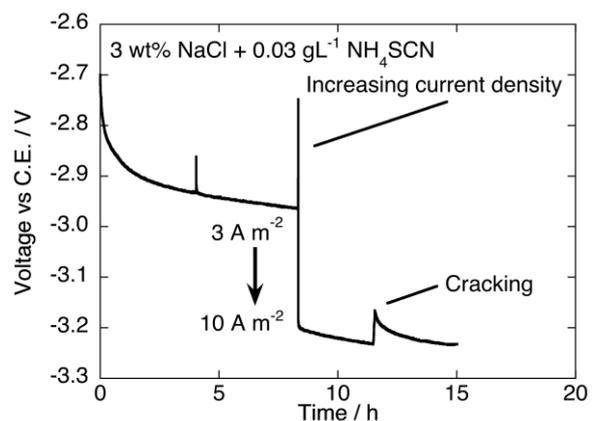


図 3-2.6.7-73 試験片と対極間の電圧をモニタリング

3-2.6.7-54

図 3-2.6.7-73、および図 3-2.6.7-74 より、電圧のモニタリング、およびインターバル撮影によって U 曲げ試験片の水素脆化き裂発生を検出が可能であることが明らかとなった。

図 3-2.6.7-75 に U 曲げ加工部の水素量と負荷応力の関係を示す。それぞれの曲げ半径で、ソリッドマークは破断直前の水素チャージ条件で水素チャージを行ったときの水素量、オープンマークは破断したときの水素量となっている。負荷応力が 1500 MPa の場合、限界水素量は $R = 8.5 \text{ mm}$ 、

15 mm、10 mm の順となった。 $R = 15 \text{ mm}$ と 10 mm を比較すると $R=10 \text{ mm}$ の加工ひずみ量が多いため、水素トラップサイトが増加しひずみ部の水素量が増加したと考えられる。負荷応力 1000 MPa、500 MPa の場合も同様に $R=15 \text{ mm}$ は加工ひずみ量が少ないため限界水素量が低くなったと考えられる。

以上のことから U 曲げ加工部の限界水素量を基準として水素脆化特性評価を行うと曲げ半径 $R=15 \text{ mm}$ の水素脆化感受性が高く、加工ひずみ量を多くすると水素脆化感受性が低くなり、これまでの知見と異なる結果となった。

次に、U 曲げ試験片の無ひずみ部の水素量で限界水素量と負荷応力の関係をまとめた。曲げ半径 8.5 mm、1500 MPa を除き、どの曲げ半径においても負荷応力の増加とともにわずかに無ひずみ部の水素量が減少する傾向を得た。しかし、薄鋼板に侵入した水素は室温で外部に逃散するため測定した水素量は過小評価されて、ばらつきが大きくなる可能性がある。そこで、水素チャージ条件の検討を行った際に得られた水素チャージ条件と水素

量の関係から最小二乗法によって近似式を求め、この近似式を用いて割れた試験片の無ひずみ部の各水素チャージ条件での水素量を換算した。図 3-2.6.7-76 に無ひずみ部の限界水素量を曲げ半径・負荷応力で整理した結果を示す。曲げ半径 $R = 8.5 \text{ mm}$ を除き、負荷応力を増加させると推定される無ひずみ部の限界水素量が減少する傾向が得られた。負荷応力 500 MPa の場合、加工ひずみ量が多い $R = 10 \text{ mm}$ の水素脆化感受性が $R = 15 \text{ mm}$ よりも高くなった。(無ひずみ部の限界水素量が減少 → 水素脆化感受性が高ま

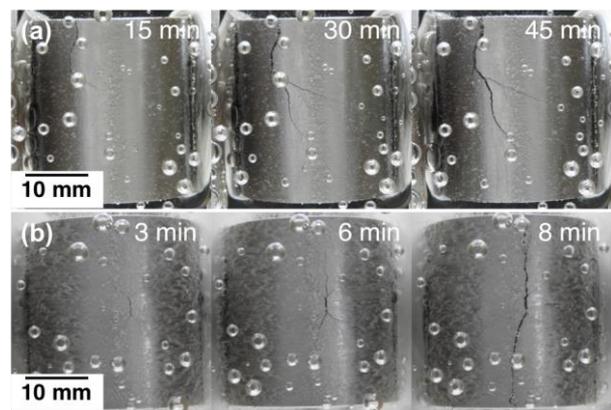


図 3-2.6.7-74 U 曲げ試験片の水素脆化によるき裂発生と進展挙動。(a) 300 A m^{-2} , (b) 30 A m^{-2}

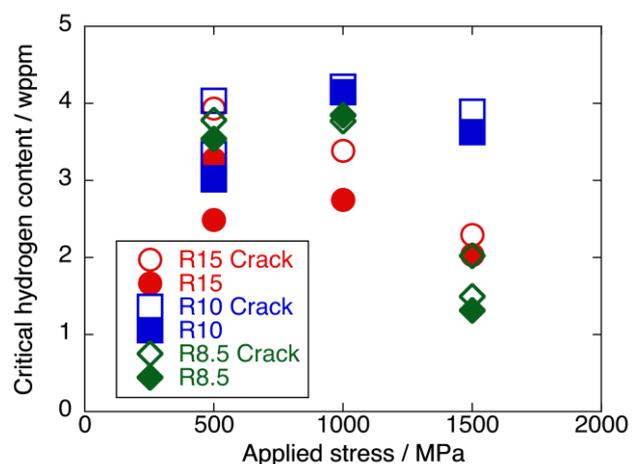


図 3-2.6.7-75 U 曲げ加工部を用いた限界水素量と負荷応力の関係

る)しかし、負荷応力 1500 MPa では R = 15 mm の水素脆化感受性が R = 10 mm よりも高くなり、負荷応力 500 MPa の場合と逆転した結果となり、加工ひずみ量に依存しない結果となった。図 3-2.6.7-75 の結果では加工ひずみを増加させると水素脆化感受性が低下する結果だったが、無ひずみ部の水素量（水素チャージ条件）で水素脆化特性を評価すると加工ひずみ（曲げ半径）に依存しない結果を得た。環境で入る水素量を考慮する場合、水素侵入強度（水素チャージ条件）で評価する方法が妥当であると考えられた。

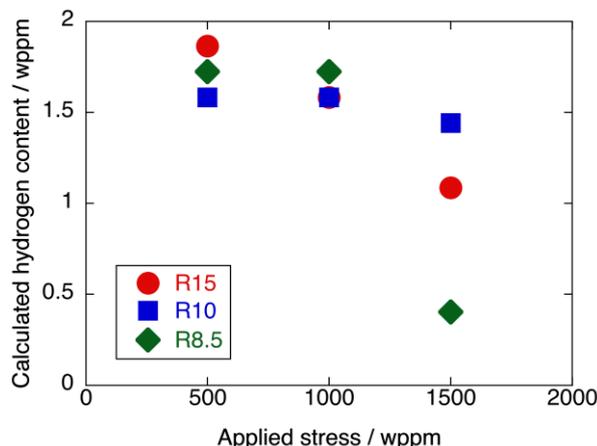


図 3-2.6.7-76 無ひずみ部を用いた推定限界水素量と負荷応力の関係

(2-2)U 曲げ試験片の水素脆化破壊機構の解明³⁾

1470 MPa 級焼戻しマルテンサイト鋼から作製した U 曲げ試験片の水素脆化挙動を詳細に検討するため、U 曲げ水素脆化試験後の破面観察、および縦断面のき裂観察を行った。図 3-2.6.7-77 に曲げ半径 R = 10 mm、負荷応力 1000 MPa で水素脆化試験を行ったあとの破面写真を示す。U 曲げ試験片は板厚方向の中央部付近で粒界破壊を発生し（図 3-2.6.7-77(c)）、U 曲げ外側表面付近では Shear Lip が観察された（図 3-2.6.7-77(b)）。また、図 3-2.6.7-77(d)のように擬へき開破壊と粒界破壊の混合した破面を示した領域も確認された。図 3-2.6.7-78 に U 曲げ試験片の水素脆化試験後の縦断面のき裂観察結果を示す。U 曲げ試験条件は曲げ半径 R = 10 mm、負荷応力 1000 MPa である。破断部以外でも板厚方向の中央部から少し外側でき裂が観察された。破面観察結果、および縦断面のき裂観察結果より、U 曲げ試験片の水素脆化き裂は試験片板厚方向の中央部付近で発生したことが示唆された。

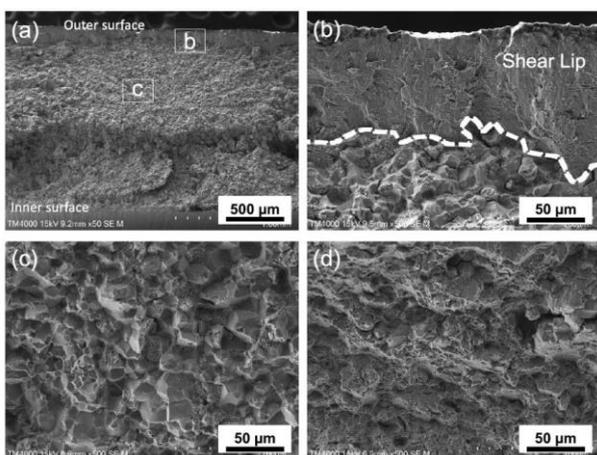


図 3-2.6.7-77 曲げ半径 R = 10 mm, 負荷応力 1000 MPa の U 曲げ試験片の水素脆化試験後の破面

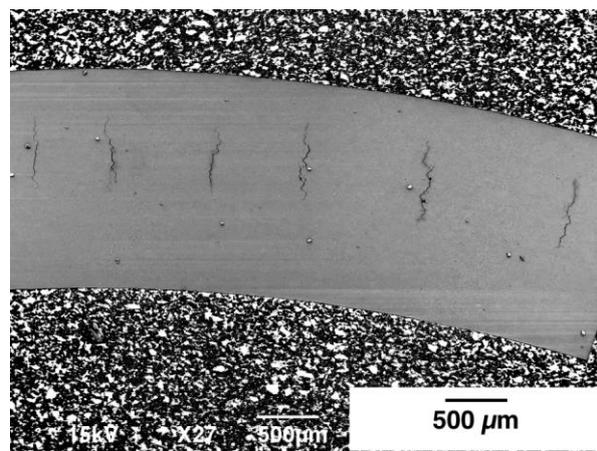


図 3-2.6.7-78 曲げ半径 R = 10 mm, 負荷応力 1000 MPa の U 曲げ試験片の水素チャージ後の縦断面観察写真

U 曲げ試験片の応力分布、塑性ひずみ分布を詳細に解析するために、放射光 X 線回折法による応力測定、および有限要素法 (FEM) による応力、ひずみ解析を行った。放射光 X 線回折測定は、SPring-8 のビームライン BL14B1 にて白色 X 線と Ge 検出器を用いて行った。入射側の X 線は高さ 50 μm 、幅 300 μm に、透過側は 500 μm に整形され、透過 X 線は 50-200 μm のコリメータにより制限された。また、回折角は 10° に設定し、U 曲げ試験片の長手方向の弾性ひずみを測定した。X 線測定は板厚方向に 0.1 mm 間隔で 20 点の測定を行った。測定した X 線回折プロファイルより、 α -Fe321 回折ピークを用いてガウスフィッティングを行い、回折ピーク中心を求めて格子面間隔を計算した。U 曲げ加工、およびボルト締めによって生じた弾性ひずみは無ひずみ状態の格子面間隔 d_0 、および U 曲げ加工、ボルト締めした試験片の格子面間隔 d より次式(1-1)を用いて計算した。

$$\varepsilon = (d - d_0) / d_0 \quad (1-1)$$

有限要素 (FE) 法による弾塑性解析は商用ソフトウェアである Abaqus/Standard (Dassault Systèmes Co.) の静的陰解法ソルバーを使用した。2次元平面ひずみ状態を仮定し、要素の形状とサイズは 50 μm \times 50 μm の 2次元四辺形要素とした。加工硬化挙動は供試鋼の引張試験より得られた真応力-真ひずみ線図を最小二乗法により近似し、スイフト則によって予測した。全要素数、および節点数は 64000、および 66033 とし、解析を行った。また、U 曲げ試験片と押し込み棒の間の摩擦係数は 0.1 とした。

図 3-2.6.7-79 に放射光 X 線回折測定、および FEM 解析によって求めた曲げ半径 $R = 10 \text{ mm}$ で U 曲げ加工のまま、および 1000 MPa の応力付与後の U 曲げ試験片の弾性ひずみ分布を示す。X 線回折測定、FEM 解析とも、同様の弾性ひずみ分布が得られた。なお、板厚方向の中央部付近では、 α -Fe321 回折ピークは引張と圧縮の 2 つの回折ピークが重なっていたため、その範囲では引張と圧縮の弾性ひずみ成分を分けてプロットしている。U 曲げ加工のままの試験片では、板厚方向の U 曲げ外側表面付近で圧縮、内側で引張の大きな弾性ひずみがみられ、U 曲げ外側の弾性ひずみは板厚中央部に向かって線形に上昇した。これは、U 曲げ加工時のスプリングバックによるものと考えられる。また、板厚中央部のわずかに外側では大きな引張、内側では大きな圧縮の弾性ひずみを有し、板厚中央部付近では弾性ひずみが大きく変化したことが確認された。板厚中央部のわずかに外側ではもっとも高い引張の弾性ひずみが見られた。U 曲げ試験片に 1000 MPa の応力を付与すると、U 曲げ外側表面の弾性ひずみは上昇し、内側表面付近は低下して、板厚中央部に向かって弾性ひずみ勾配が小さくなった。なお、板厚中央部付近の引張、および圧縮の弾性ひずみの大きさ、および位置は U 曲げままのものと比較してほとんど変化はみられなかった。

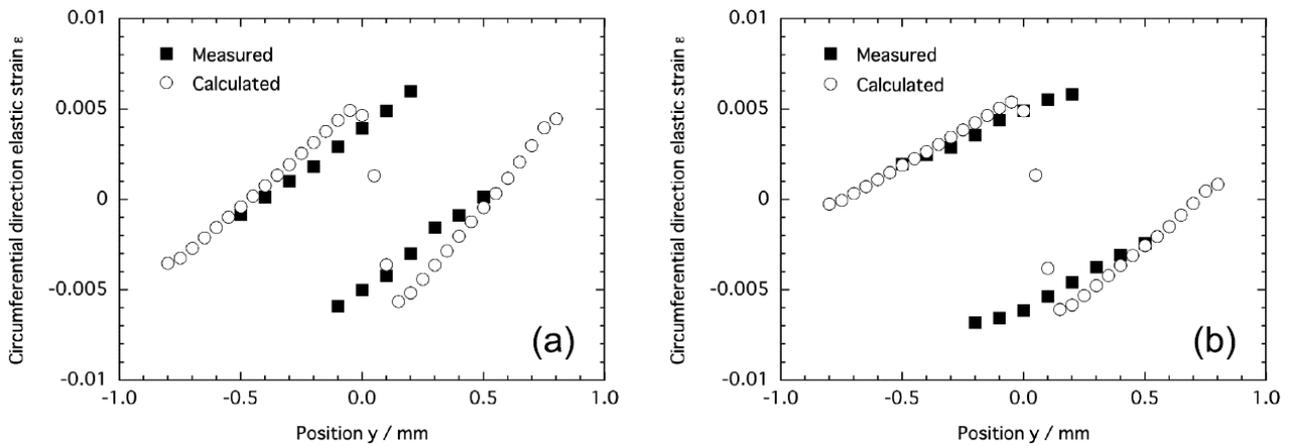


図 3-2.6.7-79 放射光 X 線回折測定，FEM 解析によって求めた (a) 曲げ半径 $R = 10 \text{ mm}$ の U 曲げ加工まま試験片，(b) 1000 MPa の応力付与した U 曲げ試験片の弾性ひずみ分布

図 3-2.6.7-80 に 1000 MPa のボルト締め後の U 曲げ試験片の長手方向応力、最大主応力、静水圧応力および相当塑性ひずみ分布の FEM 解析結果を示す。最大主応力、の長手方向の最大応力、および静水圧応力は板厚中央部からわずかに外側に存在した。一方、最大相当ひずみは U 曲げ外側、および内側の両表面付近で確認された。図 3-2.6.7-77、および図 3-2.6.7-78 で示した破面観察結果、および縦断面のき裂観察結果と最大主応力、および長手方向の最大応力を比較すると、水素脆化き裂の発生は最大主応力、および長手方向の応力が最大の位置と一致したため、水素脆化き裂の発生は最大主応力、および長手方向の最大応力が主な要因であると考えられた。さらに、き裂発生位置の静水圧応力は高いため、水素の応力誘起拡散により水素が集積したこともき裂発生に影響したと考えられた。

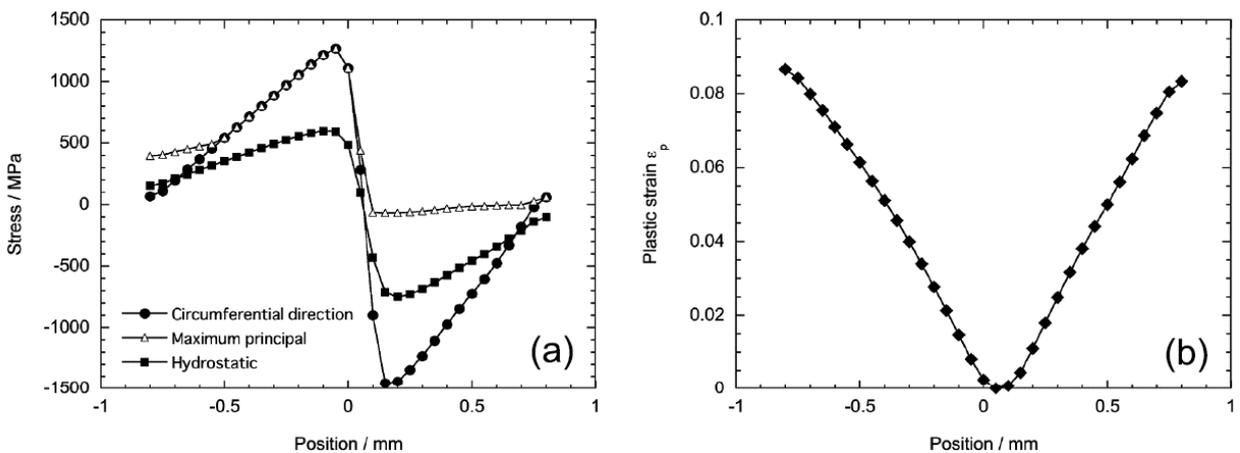


図 3-2.6.7-80 1000 MPa のボルト締め後の U 曲げ試験片の (a) 長手方向応力，最大主応力，静水圧応力，(b) 相当塑性ひずみ分布の FEM 解析結果

(2-3)フェライト - マルテンサイト複合組織鋼 (Dual Phase: DP 鋼) の U 曲げ水素脆化試験

DP 鋼は軟質相としてフェライト相、硬質相としてマルテンサイト相からなる高強度鋼板であり、フェライト相が変形を担うため、先の焼戻しマルテンサイトとは変形、破壊挙動が異なると考えられる。本研究で提案した U 曲げ水素脆化試験によって DP 鋼の水素脆化特性も適切に評価可能であることを明らかにするため、DP 鋼を用いて先の実験と同様の方法で U 曲げ水素脆化試験を行った。

図 3-2.6.7-81 に DP 鋼の U 曲げ試験片の水素チャージ時の電流密度と負荷応力の関係を示す。電流密度の変化は U 曲げ試験片に導入される水素量の変化に相当する。電流密度 1 A/m^2 では 2000 MPa の負荷応力で水素脆化割れが発生したが、電流密度を 10 A/m^2 に上昇すると、 1000 MPa の負荷応力でも水素脆化割れが発生した。図 3-2.6.7-82 に DP 鋼の水素脆化破壊後の破面観察

結果を示す。DP 鋼も焼戻しマルテンサイト鋼と同様に水素脆化破壊起点は粒界破壊を生じた。水素脆化破壊起点は低負荷応力の条件では板厚方向の中央部に近い位置であったが、負荷応力が高くなるにしたがって水素脆化破壊起点が表面付近に移動し、 2000 MPa の高負荷応力では表面近傍で水素脆化き裂が生じた。DP 鋼も焼戻しマルテンサイト鋼と同様に、本手法を用いて水素脆化特性を適切に評価可能であることが明らかとなった。

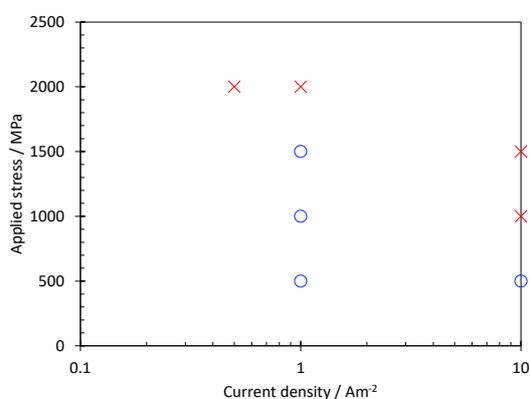


図 3-2.6.7-81 DP 鋼の水素脆化破壊発生に及ぼす電流密度と負荷応力の関係 (曲げ半径 $R = 10 \text{ mm}$, $3 \text{ wt\% NaCl} + 0.3 \text{ g L}^{-1} \text{ NH}_4\text{SCN}$)

(2-4)水素脆化試験中の水素チャージ液の特性変化⁴⁾

水素脆化試験中に水素チャージ条件が変化することが懸念されている。ここでは、水素チャージ試験中の水素チャージ液の特性変化を明らかにするため、水素チャージ溶液変化に及ぼす NH_4SCN 添加の影響、および長時間水素チャージの影響を調査した。純鉄に $1173 \text{ K} \times 900 \text{ s}$ の焼鈍とその後の室温までの空冷を施し供試鋼とした。このサンプルを $30 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ に切断し、耐水研磨紙で研磨後、電解研磨を施した。電解研磨後の板厚は 0.35 mm とした。この試料に Watt 浴、電流密度 -30 A/m^2 、 $333 \text{ K} \times 180 \text{ s}$ で Ni めつ

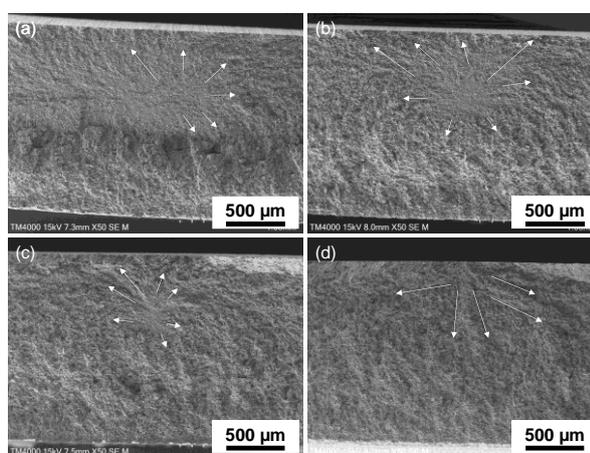


図 3-2.6.7-82 DP 鋼の水素脆化破壊後の破面

きを施した。Niめっきの厚さは180 nmと見積られた。

水素透過試験の水素透過電流はDS法により測定した。純鉄のサンプルはNiめっきした側を水素検出側としてDSセルに設置した。水素侵入側、透過側の有効面積は $3.14 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ であった。白金線とHg/HgO電極は対極、および参照電極として水素検出側のDSセルにセットした。水素検出側のDSセルの水溶液は1.0 mol/L NaOHとした。Niめっきされた純鉄は+0.1 V vs. Hg/HgOの定電位で分極した。分極電流密度が 1.0 A/m^2 よりも低くなったとき、水素透過試験を開始した。

水素侵入側のDSセルでは、白金線を対極として用い、Ag/AgCl参照電極、またはHg/HgO参照電極を用いた。また、水素侵入側の水溶液には3 wt.% NaCl水溶液を用い、0-3 g/L NH_4SCN を添加した。純鉄表面の分極電位は-0.5~-1.6 V vs. SSEに変化させ、それぞれの分極電位で2、または150時間保持した。

図3-2.6.7-83 分極電位と水素侵入電流密度、および水素透過電流密度の関係と NH_4SCN 添加量の影響を示す。酸素還元反応により-0.9 V以上の分極電位では拡散限界電流領域がみられたが、-0.9 Vよりも卑な電位では水素侵入電流密度が上昇する傾向がみられた。 NH_4SCN の濃度によらず、電位が卑化すると、水素透過電流密度は増加するが、およそ-1.2 V vs. SSEより卑な電位では、水素透過電流密度は一定となった。また、 NH_4SCN の濃度が高くなるほど、水素透過電流密度は大きくなり、 NH_4SCN の添加によって、水素侵入反応が促進された。

図3-2.6.7-84は、種々の電位で定電位分極したときの(a)水素導入側のカソード電流と(b)水素透過電流の経時変化である。まず、水素導入側のカソード電流は、電位の卑化にともない増加した。また、-0.9 Vから-1.3 Vに分極した場合には、カソード電流は時間によらずほぼ一定であったが、-1.6 Vに分極した場合には時

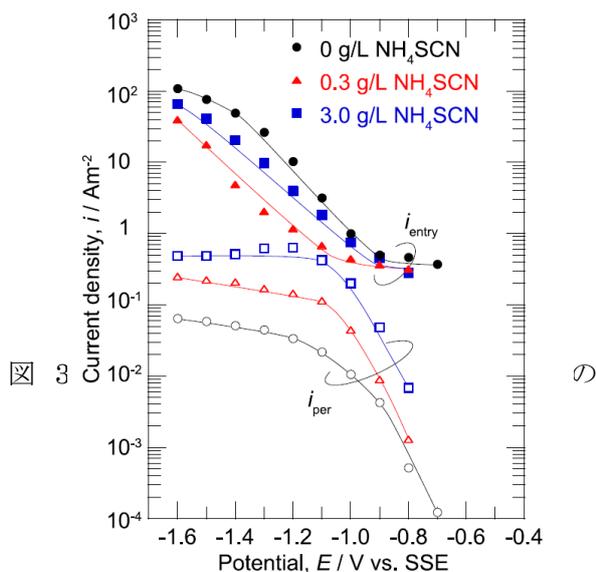


図 3-2.6.7-83 0, 0.3, 3 g/L NH_4SCN の NaCl 溶液を用いた分極電位と水素侵入電流密度、水素透過電流密度の関係

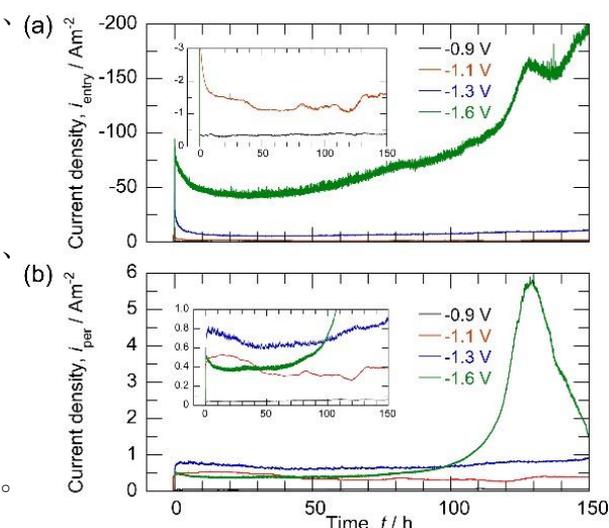


図 3-2.6.7-84 種々の電位で定電位分極したときの(a)水素導入側のカソード電流と(b)水素透過電流の経時変化

間とともに増加した。次に、水素透過電流は、-0.9 V から-1.3 V に分極した場合には、電位の卑化とともに増加し、時間によらずほぼ一定であった。しかし、-1.6 V に分極した場合の水素透過電流は、はじめは-1.1 V に分極した場合の電流値と同程度であり、分極開始 100 時間程度から大きく増加し、その後減少した。このように、分極条件が-1.3 V よりも貴な電位では長時間安定して水素を導入することができるが、-1.6 V で分極した場合には時間とともに水素導入量が大きく変化するので、水素導入には適さないことがわかった。

(3) 参考文献

- 1) Y. Shibayama, T. Hojo and E. Akiyama: *Tetsu-to-Hagané*, **105** (2019), 927.
- 2) Y. Shibayama, T. Hojo and E. Akiyama: *ISIJ Int.*, **61** (2021), 1104.
- 3) Y. Shibayama, T. Hojo, M. Koyama, H. Saitoh, A. Shiro, R. Yasuda, T. Shobu, T. Matsuno and E. Akiyama: *ISIJ Int.*, **61** (2021), 1322.
- 4) S. Ajito, T. Hojo, M. Koyama and E. Akiyama: *ISIJ Int.*, **61** (2021), 1209.

【西神分室 再委託 豊橋技術科学大学】

(1) 背景及び目的

自動車の燃費を改善させるために軽量化が必要になると同時に衝突安全性の向上も望まれており、高強度鋼板が自動車部材として採用されるようになってきた。重量を低減または維持して自動車部材の強度を増加させるためには鋼板の高強度化が必要になる。車体の骨格部材は衝突時の安全を確保するものであり高強度化が望まれており、自動車重量の 20% 程度を占めるため、骨格部材への高強度鋼板の使用が増加する傾向にある。

鋼板の引張強さが増加して 1000 MPa を超える超高張力鋼板も一般的に使われるようになり、比強度がアルミニウム合金板と同等以上になってきている。鋼板の価格はアルミニウム合金板の 1/5 程度と低く、比強度が増加すると高強度鋼板の使用率が高まる。日本車の骨格部材では鋼板が主流であり高強度鋼板の比率が増加しており、欧米車においてもオールアルミニウム製骨格部材がなくなり、高強度鋼板の使用が増えている。最近自動車のマルチマテリアル化が注目されているが、実際には高強度鋼板の適用が増加している。

高強度鋼板の強度が増加して、成形部材としては高特性を有する一方で、プレス成形がますます困難になってきている。980 MPa 級超高張力鋼板が一般的に使われるようになってきて、1180 MPa 級鋼板の適用も増加しており、1500 MPa 級鋼板も実用化されている。1500 MPa 級鋼板は現在ロール成形でバンパー等に成形されているが、プレス成形での試作も始まっている。高強度鋼板では強度が高く延性が低く、特に超高張力鋼板の冷間プレス成形は容易ではない。成形荷重は大きく、スプリングバックも大きくなるため形状凍結性が低く、成形性も低く、金型摩耗が顕著になり焼付きも生じやすい。プレス成形だけでなく、せん断加工も同様に困難になってきている。延性が低いため端面のせん断面が少なくなると破断面が増加し、表面性状、精度が低下する。せん断面はパンチと接触する平滑な面であるが、破断面はクラックが進展した

粗い表面である。また、接触面圧が高くなって、金型が損傷しやすくなっており、割れ、カケ、摩耗などの欠陥が生じやすい。

水素ぜい化遅れ破壊は水素の拡散によって時間を経過した後に塑性変形を生じることなしに脆性的に破壊する現象である。遅れ破壊は鋼材が高強度化すると生じやすくなり、高強度鋼ボルトで問題になっていたが、鋼板強度が増加して超高張力鋼板でも遅れ破壊の危険性が高まり、1500 MPa 級超高張力鋼板の冷間プレス成形では遅れ破壊が大きな問題になる。図 3-2.6.7-85 に示すように、超高強度薄鋼板は打ち抜かれてプレス成形され、トリミング、穴抜き加工を経て部材になり、部材は溶接されて自動車の骨格部材に組み立てられる。自動車を長期に使用していると水素が侵入し、打ち抜かれた鋼板の端面は大きな塑性変形、高い引張残留応力などをに受けているために、水素脆化割れを生じる危険性が高い。

本研究開発では、超高強度薄鋼板の打ち抜きブランク端面の水素脆化割れの影響因子を明確化した。

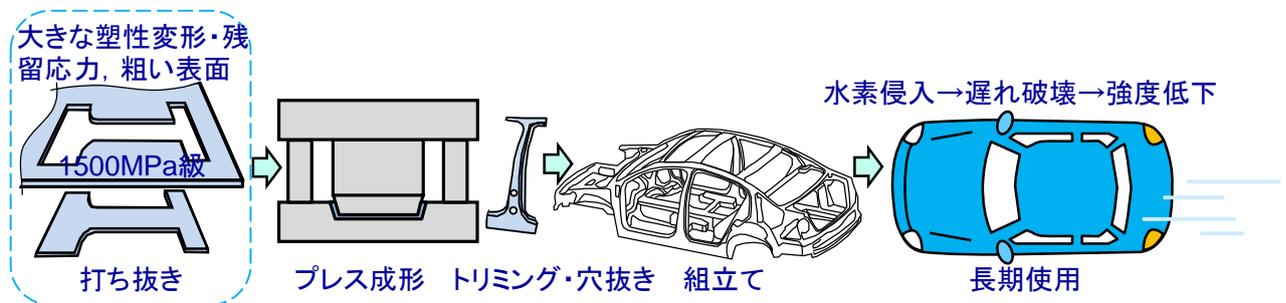


図 3-2.6.7-85 超高張力鋼板を用いた自動車骨格部材の製造

(2) 実験方法および結果

表 3-2.6.7-6 に示す 1500 MPa 超高張力鋼板が引張試験片形状に打ち抜き加工およびレーザー切断され、打ち抜き加工に用いた金型を図 3-2.6.7-86 に示す。パンチの寸法を変更することにより、クリアランスを板厚で除したクリアランス比 c は 6%であった。パンチおよびダイスは SKD11 を焼入れしたものであり、パンチの平均速度は 192 mm/s であった。

打ち抜き加工およびレーザー切断されたブランク端面の表面と断面を図 3-2.6.7-87 に示す。超高張力鋼板では、端面のせん断面は小さく破断面は大きく、かえりは生じていなくだれも小さい。レーザー切断では、熔融による縦しまが現れている。打ち抜き加工では、端面にクラックが発生していない。

表 3-2.6.7-6 1500 MPa 超高張力鋼板の機械的特性

鋼板	板厚	引張強さ	伸び	絞り
[MPa]	[mm]	[GPa]	[%]	[%]
1500	1.63	1.503	7.7	48

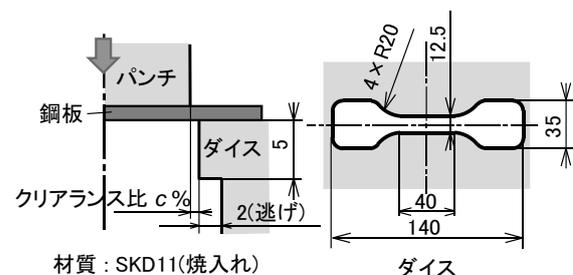


図 3-2.6.7-86 超高張力鋼板の打ち抜き加工に用いた金型

打ち抜き加工およびレーザー切断されたブランクの端面における X 線回折法によって測定された残留応力分布を図 3-2.6.7-88 に示す。打ち抜き加工されたブランク端面の板厚方向残留応力は、長手方向応力よりも大きく、引張強さよりも大きな値になっている。一方、レーザー切断されたブランク端面では、残留応力は小さく、板厚方向の残留応力は圧縮になっている。

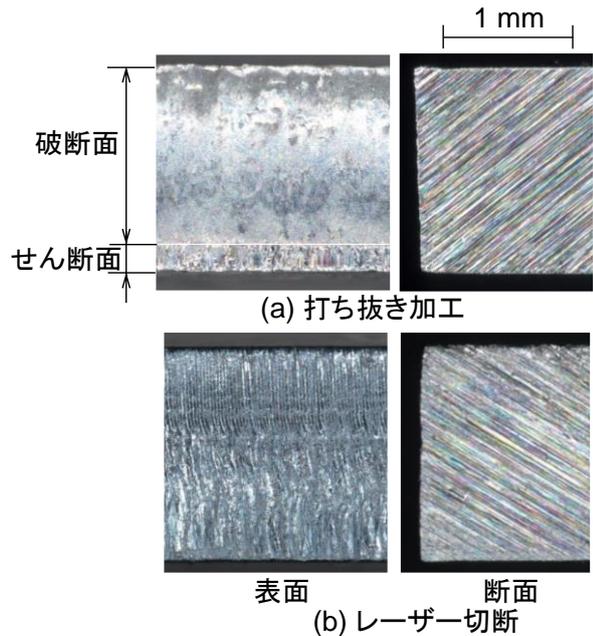


図 3-2.6.7-87 打ち抜き加工およびレーザー切断されたブランク端面の表面と断面

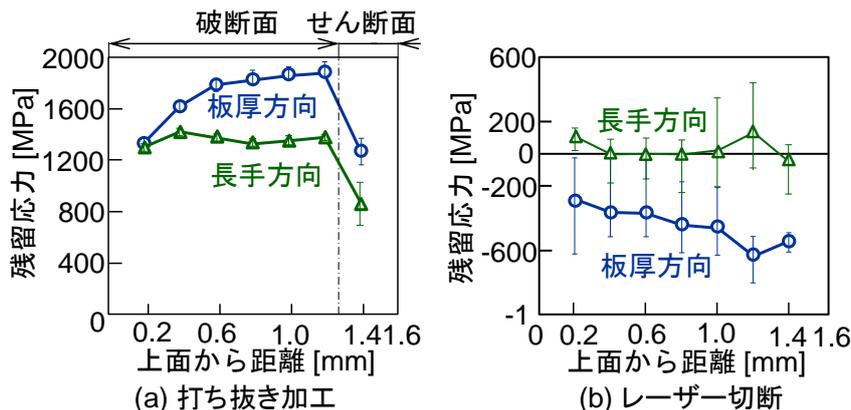


図 3-2.6.7-88 打ち抜き加工およびレーザー切断されたブランクの端面における残留応力分布

打ち抜き加工およびレーザー切断されたブランクの端面付近におけるビッカース硬さ分布を図 3-2.6.7-89 に示す。打ち抜き加工されたブランクの端面では大きなせん断変形によって、レーザー切断されたブランクの端面で急冷によってそれぞれ硬さが大きく上昇しており、レーザー切断されたブランクの端面の硬さは打ち抜きよりも大きい。

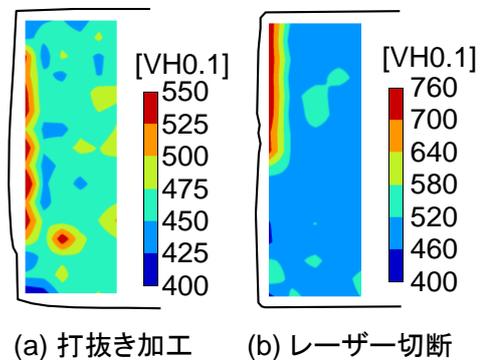


図 3-2.6.7-89 打ち抜き加工およびレーザー切断されたブランクの端面付近におけるビッカース硬さ分布

打ち抜き加工されたブランクの端面における表面粗さ分布を図 3-2.6.7-90 に示す。表面粗さはほぼ一定であり、レーザー切断された端面の粗さは $10.2 \mu\text{m}$ と大きかった。

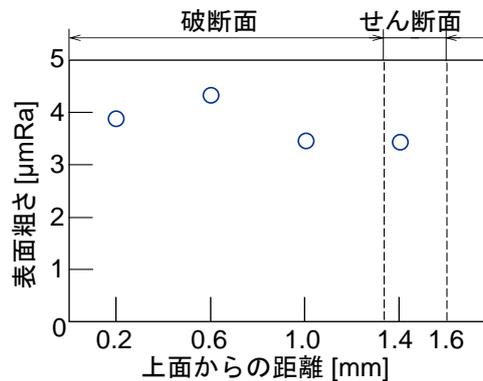


図 3-2.6.7-90 打ち抜き加工されたブランクの端面における表面粗さ分布

(2-2) 打ち抜き加工されたブランクの遅れ破壊および強度結果

遅れ破壊を調査するために、陰極水素チャージ試験を行った。電極は直径 0.3 mm の白金線をリング状にしたものであり、作用電極に銀塩化銀参照電極を使用し、 $3\% \text{ NaCl} + 0.75 \text{ g/L NH}_4\text{SCN}$ 溶液中で -1.0 V の電位を試験片に印加した。溶液温度は $30\text{--}35 \text{ }^\circ\text{C}$ に固定し、溶液から取り出した試験片を水洗いした後、切口面に発生した 0.2 mm 以上のクラックを目視で観察して遅れ破壊を評価した。

打ち抜き加工およびレーザー切断されたブランクの水素チャージ前後の端面を図 3-2.6.7-91 に示す。ここで、 T は水素チャージ時間であり、 $T = 0 \text{ h}$ は水素チャージ前の端面である。打ち抜き加工では、クラックが $T = 3 \text{ h}$ において板厚中央部付近である破断面で発生し、長手方向に沿って進展している。これは図 3-2.6.7-88(a) に示すように、板厚方向の引張残留応力が高い部分である。また、レーザー切断では図 3-2.6.7-88(b) に示すように圧縮残留応力によって $T = 24 \text{ h}$ でも遅れ破壊は発生しなかった。遅れ破壊の発生は引張残留応力に大きく影響される。一方、図 3-2.6.7-89、3-2.6.7-90 に示すように、硬さおよび表面粗さの小さい打ち抜き加工ではクラックが発生したため、打ち抜き加工のような大きなせん断変形を受ける加工においては遅れ破壊に及ぼす硬さ及び表面性状の影響は小さい。クラックは高い引張残留応力によって生じた。

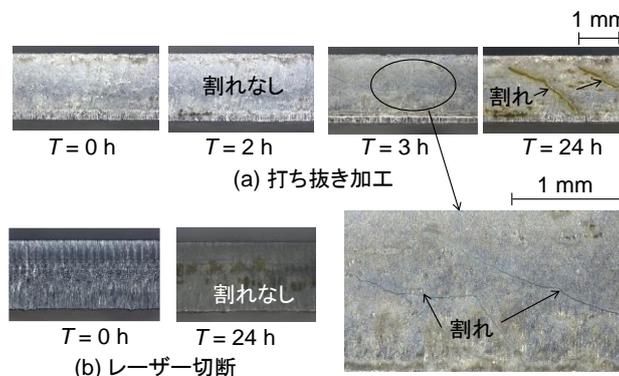


図 3-2.6.7-91 打ち抜き加工およびレーザー切断されたブランクの水素チャージ前後の端面

水素チャージされたブランクの静的引張試験から測定された引張強さと全伸びを図 3-2.6.7-92 に示す。水素チャージした後 2 h 以内に引張試験を行い、試験中は水素チャージを行っていない。打ち抜き加工では、24 h の試験片ではクラックが入っているが引張強さの低下は少ないが、伸びは大きく減少している。水素脆化は強度には影響しないが、延性を大きく低下させる。レーザー切断では、水素チャージの伸びの低下は小さい。

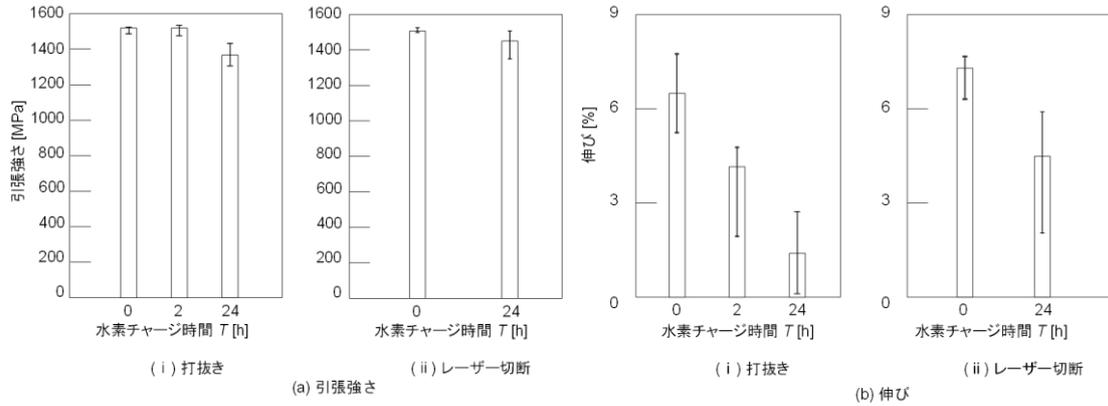


図 3-2.6.7-92 水素チャージされたブランクの静的引張試験から測定された引張強さと全伸び

水素チャージされたブランクの引張疲労試験結果を図 3-2.6.7-9 に示す。40 Hz の周波数で最大 10^7 回まで片振り引張疲労試験を行った。水素チャージした後 2 h 以内に疲労試験を行い、試験中は水素チャージを行っていない水素の放出を防ぐ対策は行わなかった。応力 $\sigma = 1000$ MPa において、打ち抜き加工では $T = 24$ h の疲労強度は $T = 0$ h と比べて破断までの繰返し数が最大で約 72%減少しており、鋼板切口に生じるクラックと水素脆化の影響である。また、打ち抜き加工では水素チャージをした場合としていない場合のどちらもレーザー切断よりも低い強度を示している。打ち抜き加工では、端口面に生じる引張残留応力によって疲労強度が低下した。

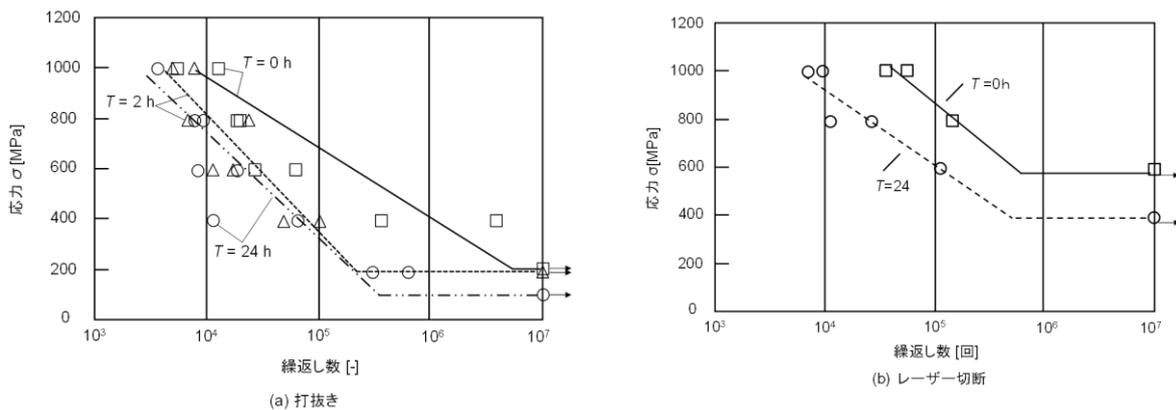


図 3-2.6.7-93 水素チャージされたブランクの引張疲労試験結果

(2-3) 打ち抜きブランク端面の水素脆化遅れ破壊の評価方法

打ち抜きブランク端面の水素脆化遅れ破壊の評価方法を図 3-2.6.7-94 に示す。打ち抜かれたブランクを引張試験してひずみを与え、水素チャージ遅れ破壊試験を行って

クラック発生の有無を観察した。打ち抜かれたブランクの端面には引張残留応力が作用してクラックが生じるが、ブランクを引張試験すると引張残留応力が低下してクラックの発生が防止され、クラックが発生しない限界の引張残留応力が求まる。水素チャージ時間を変化させると拡散水素量が増加し、限界引張残留応力と拡散水素量の関係が求まる。この関係が求まると、ある拡散水素量に対して打ち抜きにおける限界の引張残留応力が得られることになる。また、打ち抜きブランクは引張り試験片の形状をしており、静的引張り試験および疲労試験を行うことができ、静的および疲労強度を測定できる。

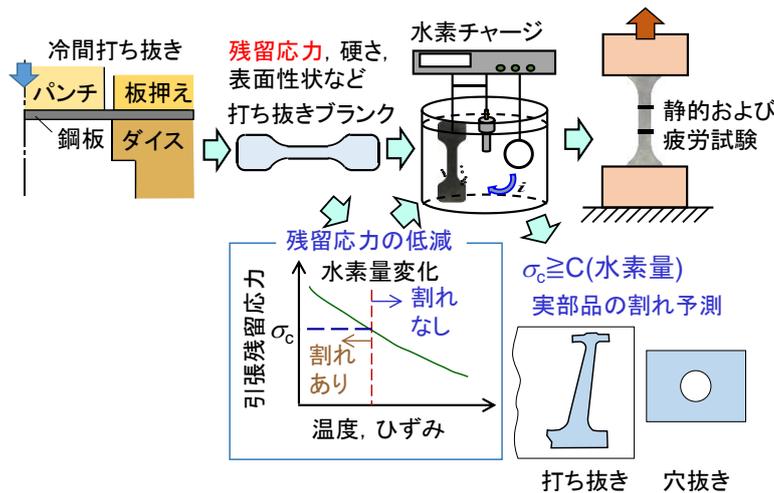


図 3-2.6.7-94 打ち抜きブランク端面の水素脆化遅れ破壊の評価方法

打ち抜かれたブランクに引張試験して水素チャージ遅れ破壊試験を行うと限界引張残留応力が求まり、それを水素チャージ時間を変えて行うと、図 3-2.6.7-95 に示す打ち抜きブランク端面の限界引張残留応力と拡散水素量の関係が求まる。拡散水素量の増加とともに限界引張残留応力が減少している。新しい鋼板が開発されると、図 3-2.6.7-94 の評価方法から図 3-2.6.7-95 を求めることができ、打ち抜き加工における限界の引張残留応力が求まることになる。

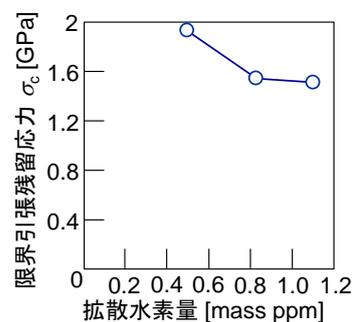


図 3-2.6.7-95 打ち抜きブランク端面の限界引張残留応力と拡散水素量の関係

(2-4) 超高強度薄鋼板の穴抜き加工

各種鋼板を直径 10 mm のパンチでクリアランス比 10% で穴抜き加工を行った。1180 MPa 鋼板の厚さは 1.2 mm であり、それ以外の鋼板の厚さは 1.6 mm であった。穴抜き

加工された各種鋼板の端面と断面を図 3-2.6.7-96 に示す。鋼板強度の上昇とともに、だれとせん断面の割合が減って、破断面の割合が増えている。穴抜き加工では、端面にクラックは発生していない。

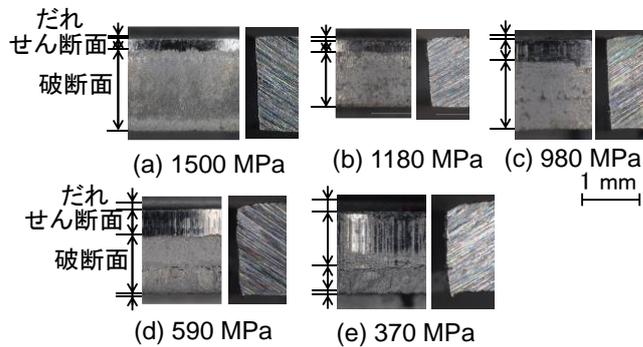


図 3-2.6.7-96 穴抜き加工された各種鋼板の端面と断面

穴抜き加工された各種鋼板の端面における板厚方向残留応力の分布を図 3-2.6.7-97 に示す。残留応力は X 線回折法によって測定され、板厚方向残留応力しか測定できなかった。370 MPa 鋼板では残留応力は小さいが、鋼板強度の増加とともに引張残留応力が高くなっている。1500 MPa 鋼板では打ち抜き加工と同程度の強度を示している。

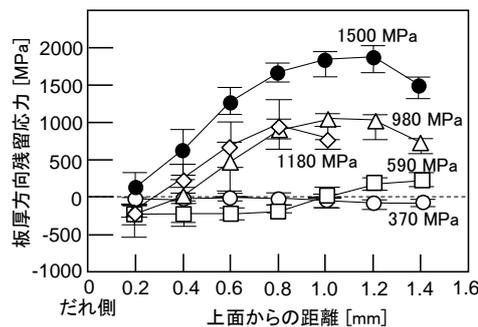


図 3-2.6.7-97 穴抜き加工された各種鋼板の端面における板厚方向残留応力の分布

穴抜き加工された鋼板の陰極水素チャージ試験結果を図 3-2.6.7-98 に示す。980 MPa 鋼板では $T = 10$ h でもクラックは生じていないが、1180 MPa 鋼板では $T = 6$ h で 1500 MPa 鋼板では $T = 1$ h でクラックが発生した。穴抜き加工の遅れ破壊特性は、打ち抜き加工と同様である。

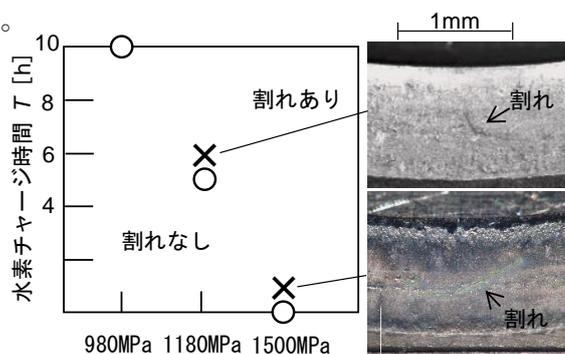


図 3-2.6.7-98 穴抜き加工された鋼板の陰極水素チャージ試験結果

鋼板はプレス成形された後トリミング加工され、塑性変形した鋼板がせん断加工される。トリミング加工された切口面の遅れ破壊特性を調べるために、打ち抜かれた1500 MPa 鋼板の引張試験片を引張試験して5%のひずみを与え、その後穴抜き加工し、穴端面の残留応力を測定して水素チャージ遅れ破壊試験を行った。穴抜き加工された穴の板厚方向残留応力分布を図 3-2.6.7-99 に示す。5%のひずみありとなしの残留応力分布はほとんど同じであり、どちらの試験片の水素チャージ試験においても $T = 1$ h でクラックが発生した。トリミング加工における端面付近のせん断変形は非常に大きく、プレス成形で受けた塑性変形は残留応力および遅れ破壊の発生にあまり影響を及ぼさない。

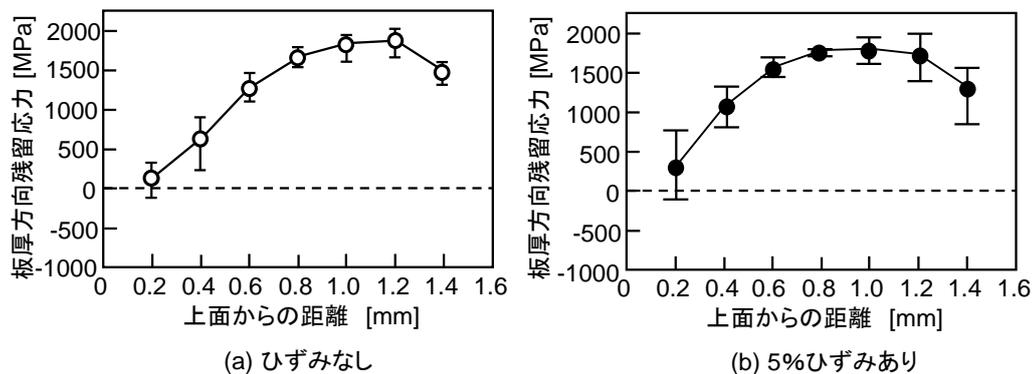


図 3-2.6.7-99 1500 MPa 鋼板に 5%のひずみを与えた後に穴抜き加工したスクラップの残留応力分布

(2-5) プレス成形品の遅れ破壊特性

図 3-2.6.7-100 に示すように、1500 MPa 鋼板をせん断加工し、せん断加工された長さ 180 mm、幅 50 mm の矩形ブランクをハット曲げ加工した。クリアランス比 c は 10%であった。パンチおよびダイスは SKD11 を焼入れしたものであり、パンチの平均速度はせん断加工において 80 mm/s、ハット曲げ成形では 110 mm/s であった。

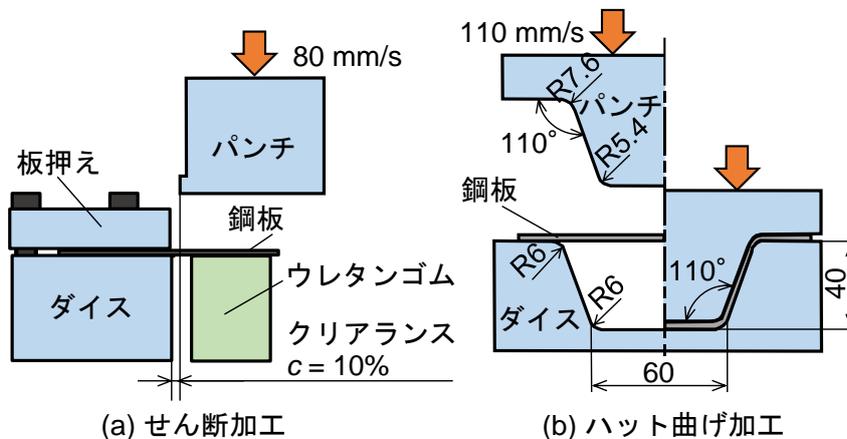


図 3-2.6.7-100 1500 MPa 鋼板のせん断加工とハット曲げ加工

せん断加工後とハット曲げ加工後の端面の板厚方向残留応力分布を図 3-2.6.7-101 に示す。曲げ加工後は高い引張残留応力が作用しているが、曲げられた角部 c_1 , c_2 の残留応力は大きく低下している。一方、曲げ加工においてほとんど塑性変形を受けない平坦部 f_1 , f_2 , f_3 はせん断加工の残留応力が残っており、高い引張残留応力を示している。

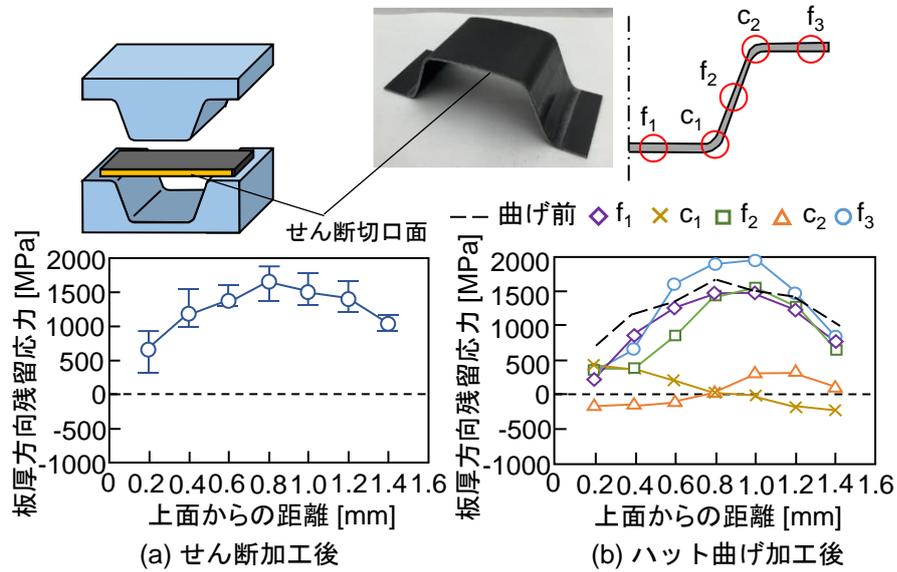


図 3-2.6.7-101 せん断加工後とハット曲げ加工後の端面の板厚方向残留応力分布

せん断加工後とハット曲げ加工後の端面の陰極水素チャージ試験結果を図 3-2.6.7-102 に示す。曲げられた角部 c_1 , c_2 の引張残留応力は大きく低下したためクラックが防止されたが、平坦部 f_1 , f_2 , f_3 では高い引張残留応力が作用しているためクラックが生じている。遅れ破壊の発生はプレス成形の影響を受ける。

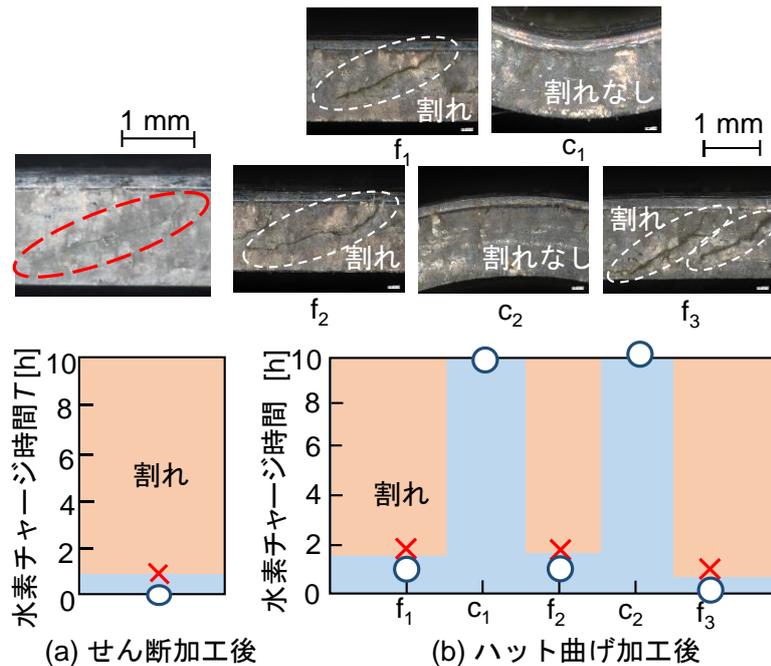


図 3-2.6.7-102 せん断加工後とハット曲げ加工後の端面の陰極水素チャージ試験結果

(2-6) 端面の特性向上

端面の特性を向上させるために、図 3-2.6.7-103 に示すように 1500 MPa 鋼板を穴抜き加工し、その後鋼板を反転させて穴をテーパパンチでしごき加工を行った。図 3-2.6.7-97、3-2.6.7-98 に示すように、穴抜き加工された穴端面には引張残留応力が作用して遅れ破壊が生じるが、しごき加工によって端面の残留応力を低下させた。

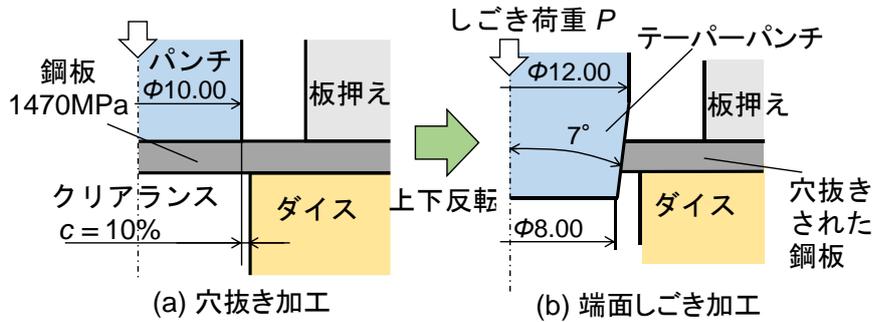


図 3-2.6.7-103 穴抜き加工された端面のしごき加工

穴抜き加工およびしごき加工後の端面と断面を図 3-2.6.7-104 に示す。しごき加工によって破断面がしごき面が変わっており、 $P = 20$ kN では破断面の 80%程度がしごき面になっている。

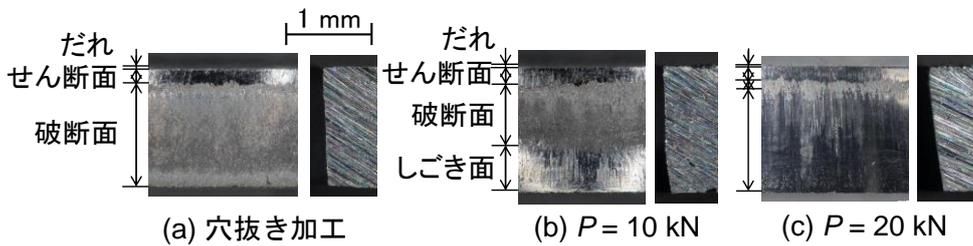


図 3-2.6.7-104 穴抜き加工およびしごき加工後の端面と断面

しごき加工後の端面の板厚方向残留応力分布を図 3-2.6.7-105 に示す。しごき加工によって、穴抜き加工によって生じた高い引張残留応力を低下させることができた。

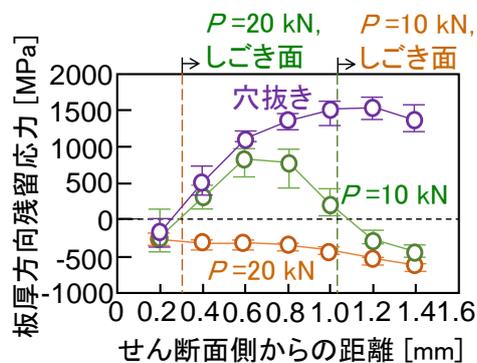


図 3-2.6.7-105 しごき加工後の端面の板厚方向残留応力分布

しごき加工された鋼板の陰極水素チャージ試験結果を図 3-2.6.7-106 に示す。しごき加工によって引張残留応力が低下し、水素チャージを 10 時間行っても遅れ破壊による割れは発生しなかった。

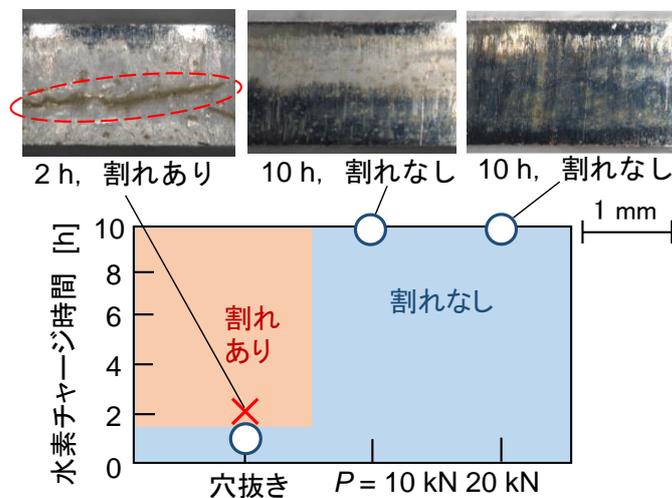


図 3-2.6.7-106 しごき加工された鋼板の陰極水素チャージ試験結果

(2-7) 打ち抜き加工の有限要素シミュレーションおよび高い引張残留応力発生メカニズム

1500 MPa 鋼板の打ち抜き加工では、図 3-2.6.7-88(a) に示すように端部の破断面の引張残留応力がかなり高いのに対し、370 MPa および 590 MPa 鋼板では、図 3-2.6.7-107 に示すように残留応力は低い。

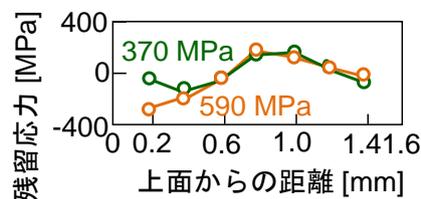


図 3-2.6.7-107 打ち抜かれた 370 MPa および 590 MPa 鋼板の残留応力分布

1500 MPa 鋼板の打ち抜き加工における高い引張残留応力の発生メカニズムを市販ソフトウェア LS-Dyna を用いた有限要素シミュレーションから検討した。打ち抜き加工における鋼板の分離挙動をシミュレーションするためには、クラック発生予測式、クラック伝搬の処理、予測式の材料定数の測定などが必要であるが、これらを満足させることは容易ではない。打ち抜き加工の分離挙動を簡単に扱うために、図 3-2.6.7-108 に示すようにクラックが発生すると瞬間的に進展して鋼板が分離すると近似した。延性の低い 1500 MPa 鋼板の打ち抜き加工では、クラックが急激に進展して鋼板が分離するが、シミュレートされたクラック進展は実際よりも遅れる傾向があるため、瞬間的な分離に近似した。打ち抜き加工において塑性変形を限界ストロークまでシミュレーションした後、瞬間的な分離のために全てのスクラップの要素を除去し、分離直前の応力分布を解放して鋼板内の残留応力分布を計算した。分離境界はパンチとダイスのコーナーを結ぶ直線を想定し、分離後は破断面とした。図 3-2.6.7-87 に示す実験から得られた端部のせん断面から分離の限界ストロークを決定した。打ち抜き加工のシミュレーションでは、平面ひずみ変形を仮定し、鋼板の断面を 4 角形ソリッド要素

に分割した。鋼板は弾塑性体であり、パンチ、ダイス、板押えは剛体とした。

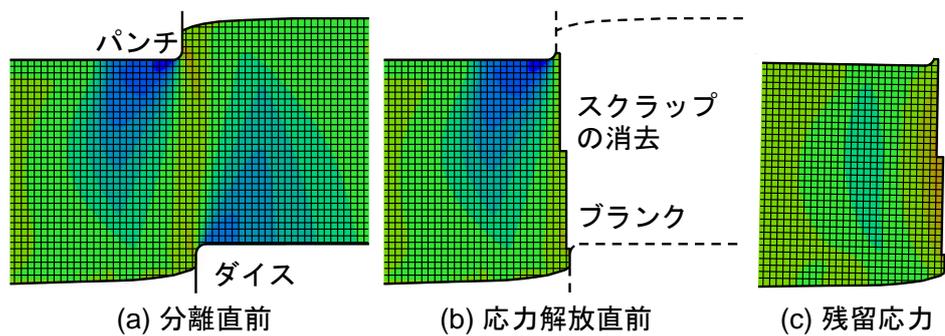


図 3-2.6.7-108 打ち抜き加工のシミュレーションにおける残留応力を計算するための分離の取り扱い

打ち抜き加工の有限要素シミュレーションによって計算された 1500 MPa 鋼板の厚さ方向の分離直前の応力と残留応力の分布を図 3-2.6.7-109 に示す。実験で得られた分離の限界パンチストロークは、1500 MPa 鋼板の延性が低いため、0.3 mm と小さかった。分離直前には分離境界付近に引張応力が発生し、パンチ角部直下の圧縮応力が非常に大きくなる。この応力分布を分離のために解放すると、角部直下の高い圧縮応力が戻って端部が引張られて破断面には高い引張残留応力が残る。

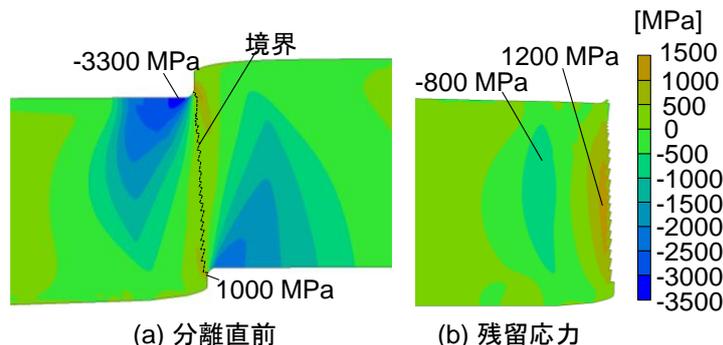


図 3-2.6.7-109 打ち抜き加工の有限要素シミュレーションによって計算された 1500 MPa 鋼板の厚さ方向の分離直前の応力と残留応力の分布

(2-8) まとめ

1500 MPa 超高強度鋼板を打ち抜き加工したブランク端面の水素脆化遅れ破壊の影響因子を調べ、以下の知見を得た。

- 1) 打ち抜き加工されたブランク端面には、水素チャージ下において高い引張残留応力によって遅れ破壊が生じ、レーザー切断された端面では残留応力は圧縮になって遅れ破壊は生じないため、遅れ破壊は端面の高い引張残留応力によって発生し、硬さ及び表面性状の影響は小さかった。
- 2) 静的引張試験では、引張強さに及ぼす水素チャージの影響は小さかったが、全伸びには大きな影響を及ぼし、全伸びの低下は打ち抜き加工の方がレーザー切断よりも大きかった。

- 3) 疲労強度に及ぼす水素チャージの影響は大きく、その低下は打ち抜き加工の方が大きかった。
- 4) 打ち抜きブランク端面の水素脆化遅れ破壊の評価方法を開発し、打ち抜きブランク端面の限界引張残留応力と拡散水素量の関係を求めることができた。
- 5) 穴抜き加工の遅れ破壊特性は打ち抜き加工と同様であり、トリミング加工では成形における塑性変形の影響は小さかった。
- 6) せん断加工されたブランクをハット曲げ加工すると、端面において曲げられた角部付近の引張残留応力は大きく低下して、遅れ破壊が防止された。
- 7) 穴抜き加工された穴端面をテーパーパーンチでしごき加工すると、引張残留応力が大きく低下して遅れ破壊が防止された。
- 8) 打ち抜き加工では、クラック発生直前のパンチ角部直下の非常に高い圧縮応力が解放されて端部が引張られて、破断面に高い引張残留応力が現れることが有限要素シミュレーションから分った。

(3) 参考文献

1) K. Mori, Review of shearing processes of high strength steel sheets, Journal of Manufacturing and Materials Processing, 4-2 (2020), 54.

【西神分室 再委託 岡山大学】

(1) 背景及び目的

現在、自動車産業において自然環境保護のために CO₂ 排出量の減少、燃費向上が求められ、部品の軽量化が不可欠となっている。軽量化のために高張力鋼板が使用されている。高張力鋼は高強度であるとともに溶接性、耐候性、低温脆性に優れる鉄鋼材料である。自動車部品の多くが 1000 MPa 以下の高張力鋼板でつくられている。一部 1200 MPa 級高張力鋼板が使用されるようになってきている。1200 MPa を上回る鋼板が開発されているが、高強度化や伸びの低下による成形性の課題が残る。この問題を解決すべく、ホットスタンピング技術を用いた 1500 MPa 級の自動車部品の開発が進められている。ホットスタンピング技術については、現在の自動車製品より軽量にするためにはさらに高強度な鋼板を用いて薄肉化しなければならない。そこで 2000 MPa 級高張力鋼板の実用化に向けた研究開発が行われている。このように研究開発が進められている 2000 MPa 級高張力鋼板には、水素脆化といわれる課題があり、解決が求められている。高強度であるほど水素脆化の影響を大きく受けるため、2000 MPa 級高張力鋼板の実用化にとって大きな問題点となっている。そこで、本研究では、下記 3 項目について取り組んだ。

1. 炭素鋼中の水素拡散性に関する基礎調査
2. ホットスタンピング鋼の水素脆化メカニズムに関する調査
3. U字曲げホットスタンピング鋼材の水素脆化感受性に関する影響

(2) 実験方法

(2-1) 供試材

水素拡散性の調査は、機械構造用中炭素鋼 S45C の未熱処理材(Not-WQ 材)および焼入れ材(WQ 材)を用いた。中炭素鋼の化学組成を表 3-2.6.7-7 に示す。ホットスタンピング鋼の水素脆化メカニズムに関する研究では冷延加工された Fe-0.3C-2.5Mn 鋼を使用した。Fe-0.3C-2.5Mn 鋼の化学組成を表 3-2.6.7-8 に示す。この合金鋼には焼入れ性向上のために Mn, Cr, B が添加している。ここでは、水素脆化に及ぼす Nb の影響を確認するため、0.079%Nb を添加した合金鋼も供試材とした。U 字曲げ試験片による水素脆化特性に関する研究では、Fe-xNb-xMo 鋼を用いた。この合金の化学組成を表 1-6-3 に示す。全ての鋼材は、電気炉を用いて、 γ -オーステナイト相となる 850°C まで加熱したのちに水冷し、焼入れ処理を施した。焼入れ処理後、170°C のオイルバスで 20 min 加熱後、水冷することで低温焼戻しをした。ここでは、焼入れ材を WQ 材、焼入れ後に低温焼戻ししたものを BH 材と呼ぶ。また冷延プレスしたままおよび焼きなまし材を CS と AA とそれぞれ称する。

表 3-2.6.7-7 Chemical compositions of mechanical structural carbon steel for diffusivity test, S45C (wt%).

C	Mn	Si	P	S
0.42–0.48	0.60–0.90	0.15–0.35	≤0.030	≤0.035

表 3-2.6.7-8 Chemical compositions of the steels used for investigation of hydrogen trap site (wt%).

C	Mn	Si	P	S	Ti	Nb	Al	B	N	Fe
0.32	2.5	0.1	0.001	0.0023	0.01	0.000	0.04	0.002	0.0008	Bal.
0.32	2.5	0.1	0.001	0.0024	0.01	0.079	0.04	0.002	0.0010	Bal.

表 3-2.6.7-9 Chemical compositions of the steels used in U-bent tests (wt%).

C	Mn	Si	Mo	Nb	P	S	Ti	Al	N	Fe
0.33	1.2	0.1	0.15	0	0.005	0.005	0.02	0.004	0.002	Bal.
0.33	1.2	0.1	0.3	0	0.005	0.005	0.02	0.004	0.002	Bal.
0.33	1.2	0.1	0.5	0	0.005	0.005	0.02	0.004	0.002	Bal.
0.33	1.2	0.1	0.5	0.05	0.001	0.001	0.01	0.004	0.002	Bal.

(2-2) 組織観察

試料の組織観察をするため、EBSD (Electron back scatter diffraction patterns)法による結晶方位解析を実施した。EBSD 法は試料表面に電子線を照射し、そのとき回折した電子の回折パターンから結晶方位を解析する方法である。結晶方位を示す IPF (Inverse pole figure)マップのほか、回折パターンの鮮明度を表す IQ (Image quality)マップ、周囲の解析点との結晶方位差を示す KAM (Kernel average misorientation)マップを取得で

きる。

組織観察を行うため、JEOL 社製の走査型電子顕微鏡(Scanning electron microscope, SEM) JSM-7-IF を用いた。解析ソフトウェアは TSLOIM Anaysis5 を使用した。

観察面はエメリー研磨紙(#180, #320, #500, #800, #1200, #2000, #4000)で湿式研磨したのち、OP-U 懸濁液(粒径: 0.04 μm)を用いてバフ研磨することで鏡面に仕上げた。

(2-3) 鋼中水素量測定

鋼中に侵入する水素量を調査することを目的として鋼中の水素量を測定した。試験片の寸法は一辺 8 mm の正方形、厚さは 1 mm である。試料を 10% NH_4SCN 水溶液に浸漬することにより、鋼中に水素を拡散させた。浸漬時間は 48 h であり、 25°C 一定に保たれた部屋に保管した。浸漬が終了したのちに試料をアセトンで洗浄し、鋼中水素量測定を実施した。サンプル数は $n = 4$ とした。ジェイ・サイエンス・ラボ製の鋼中水素測定システムを用いて、昇温脱離ガス分析法(TDS)により、室温(約 20°C) から 400°C までに試験片から離脱した水素量を測定した。TDS は昇温する間に試験片内部から離脱するガスを分析することで、試験片中に含有していた水素量を測定する方法である。

(2-4) ビッカース硬さ試験

明石製作所製のビッカース硬度計を用いてビッカース硬さ試験を行った。エメリー研磨紙(#180-#4000)による研磨後、荷重を 9.8 N、負荷時間を 15 s 間として 12 点の圧痕をつけ、ビッカース硬さを測定した。これらの圧痕の中心間距離は、圧痕の対角線長さの 3 倍以上空けた。12 点の測定値から最大値および最小値を除いた 10 点の測定値の平均をビッカース硬さとした。

(2-5) 水素透過試験

図 3-2.6.7-110 に水素拡散性を調査する装置を示す。装置の中央に炭素鋼の薄板(隔壁版)を取り付け、水素の透過性を調査する。すなわち隔壁版によって 2 つの空間に仕切られ、一方の空間に水素ガスを 0.7 MPa で充填し、隔壁版を透過し、もう一方の空間に透過する水素量を測定する。隔壁版の直径は 36 mm とし、厚さを 1 mm としている。実験では、水素ガス充填前には、両容器内を真空引きした。実験では、ヒータを用いて温度を 50°C , 100°C , 150°C に加熱して、拡散性を調査した。

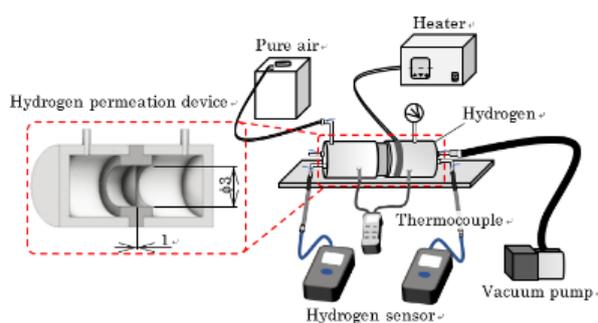


図 3-2.6.7-110 Illustration of a newly developed system to detect the amount of hydrogen gas, permeating through the carbon steel plate.

(2-6) STEM-EDX 分析

熱処理による析出物の差異を分析することを目的として、走査型透過電子顕微鏡(Scanning Transmission Electron Microscope, STEM)を用いて EDX 分析を行った。STEM-

-EDX 分析は薄片化した試料に電子線を照射し、試料内を透過した電子を利用して、観察および分析する方法であり、ここでは、0.079%Nb を添加した WQ および BH 材について分析を行った。

(2-8) 3次元アトムプローブ分析

0.079%Nb 添加鋼 WQ 材および BH 材の 3次元アトムプローブ分析(3DAPT)を実施した。試験片は 30 kV の Ga 集束イオンビームを用いて作製されたものである。粒界での水素トラップを調査できるように、試料に粒界が含まれるように加工した。分析は東芝ナノアナリシスにて行われた。装置は AMETEK 社製の LEAP3000XSi が用いられ、レーザ波長は 532 nm とした。30°C の雰囲気下でレーザパルス周波数 500 kHz、パルスエネルギー 0.3 nJ にて分析し、得られたデータをソフトウェア IVAS で解析した。図 3-2.6.7-111 に WQ 材試験片の SEM 画像を示す。3DAPT は、図に示すように針状の試験片を用いる。この試験片に正電圧を印加することで電解蒸発したイオンを深さ方向へ連続的に検出する。これより 3次元による原子分布を得られる。金属材料の構成元素の空間位置を格子間隔レベルの分解能で 3次元に可視化することで、元素ごとの存在位置および局所的な濃度を調べることが可能である。

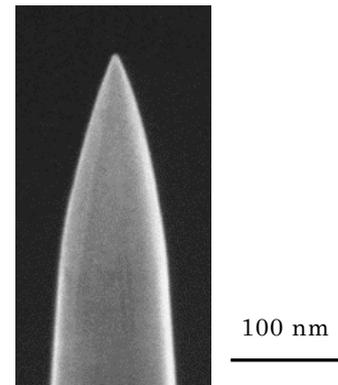


図 3-2.6.7-111 SEM image of Fe-0.3C-2.5Mn-0.079Nb alloy: WQ sample for 3DAPT.

(2-9) 引張試験

水素脆化感受性に及ぼす応力の影響を調査するため、形状の異なる 3種の試験片を用いた。一つはダンベル型試験片である。水素脆化感受性に及ぼす Nb 添加の影響を調査した。図 3-2.6.7-112 に試験片の形状を示す。島津製作所製の島津オートグラフ AG-50kNXPlus を用いて、ストローク速度 1 mm/min で試験した。試験片に水素を侵入させるため、30 ml の 10%NH₄SCN 水溶液に 48 h 浸漬した。

さらに応力の影響を確認するため、平行部にノッチを入れた試験片についても調査した。ノッチは、試験片中央部の両側に導入した。ノッチ先端の曲率半径は 0.1 mm または 0.5 mm である。これらの試験片を各々“Notch-0.1”、“Notch-0.5”と称する。“Notch-0.1”および“Notch-0.5”の試験片平行部の断面積は 4 mm × 1.5 mm となる。図 3-2.6.7-113 に試験片形状を示す。

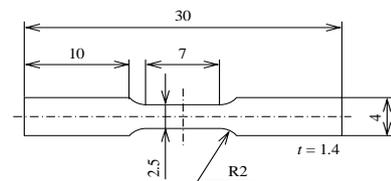


図 3-2.6.7-112 Schematic diagram of tensile test specimen.

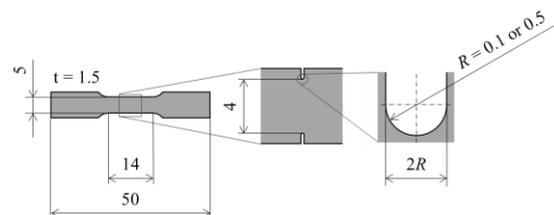


図 3-2.6.7-113 Illustration of double-notched specimen.

さらに WQ 材において、片側ノッチ試験片を作製し引張特性を調査した。試験片の形状を図 3-2.6.7-114 に示す。

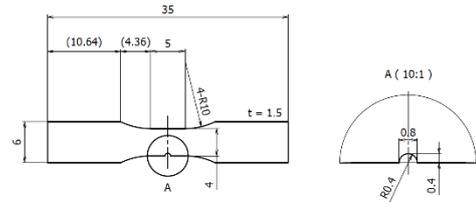


図 3-2.6.7-114 Illustration of single-notched specimen.

(2-10) き裂進展試験

水素脆化した鋼のき裂進展特性について調査した。ここで使用した材料は 0.079%Nb 添加鋼 WQ 材で、試験片形状を図 3-2.6.7-115 に示す。この試験片には、予き裂を 0.25 mm 導入した。水素チャージ方法を行った後、き裂進展試験を実施した。未浸漬の試験片においても同様に実験を行い、き裂進展速度に水素が及ぼす影響を明確にした。ここでは応力拡大係数 ΔK の式(1)を用いて算出した。なお、式(1)中の W は試験片の幅 ($W = 10$ mm)、 a は切欠き長さとき裂長さの和である。

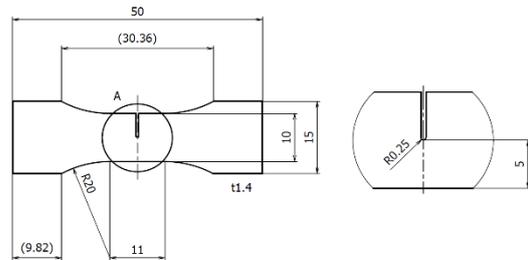


図 3-2.6.7-115 Illustration of specimen for fatigue crack growth test.

$$K = \sigma(\pi a)^{0.5}(1.12 - 0.231\alpha + 10.55\alpha^2 - 21.72\alpha^3 + 30.39\alpha^4) \quad (1)$$

$$\alpha = a/W \quad (1a)$$

(2-11) U 字曲げ試験

遅延破壊試験を U 字試験片にて静的および繰り返し負荷条件で実施した。図 3-2.6.7-116(a)に U 字曲げ試験片を示す。このサンプルはホットスタンピングで作製した。図 3-2.6.7-116(b)に、試験片の取り付け方法を示す。繰り返し試験では、負荷荷重と最終破壊までのサイクル数の関係で評価した。負荷は引張-引張負荷による繰り返しで、周波数 2 Hz、荷重比 0.2、負荷波形 sin 波とした。負荷試験中は、チオシアン酸アンモニウム溶液中で実施した。一方、静的負荷試験では、1,000MPa を加えながら、3g/L NH₄SCN + 3%NaCl, 10 A・m⁻² で電解チャージした。

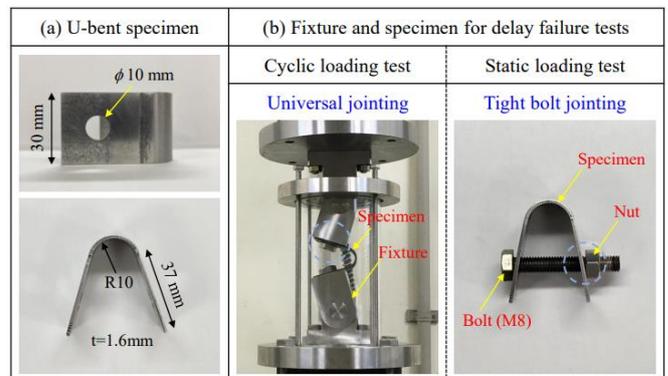


図 3-2.6.7-116 Photographs of (a) U-bent specimen and (b) jointing methods for the delayed failure tests under static and cyclic loading.

サンプル中の水素含有量は、200°C/h の線形加熱速度でガスクロマトグラフによる熱脱着分析によって測定した。アルゴンを使用して 5 分間隔で分析した。本サンプルでは、100°C付近で検出される水素は拡散性と考えている。

(3) 実験結果および考察

1. 炭素鋼中の水素拡散性に関する基礎調査

(3-1) 組織観察およびビッカース硬さ

図 3-2.6.7-117 に EBSD 解析によって得られた S45C の Not-WQ 材(CR 材)および WQ 材の IPF, IQ, KAM マップを示す。IPF および KAM マップより Not-WQ 材はひずみが小さいことが確認できる。IQ マップで明るい領域はフェライト相で、白と黒の縞模様に表示されている領域はパーライト相である。焼入れによりマルテンサイト相に変態しており、KAM マップから、内部ひずみの増加が確認できる。図 3-2.6.7-118 に各材料のビッカース硬さを示す。測定した 10 点の平均値は Not-WQ 材が HV205、WQ 材が HV669 であった。図 3-2.6.7-117 に示す WQ 材のマルテンサイト相が高いビッカース硬度に影響していると考えられる。

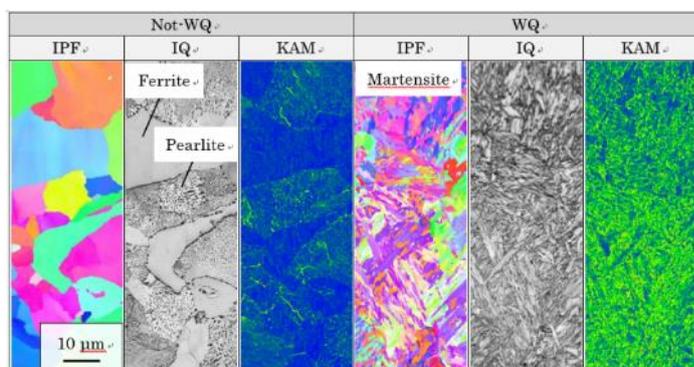


図 3-2.6.7-117 EBSD analysis for S45C: Not-WQ and WQ samples, showing the inverse pole figure, image quality and Kernel average misorientation.

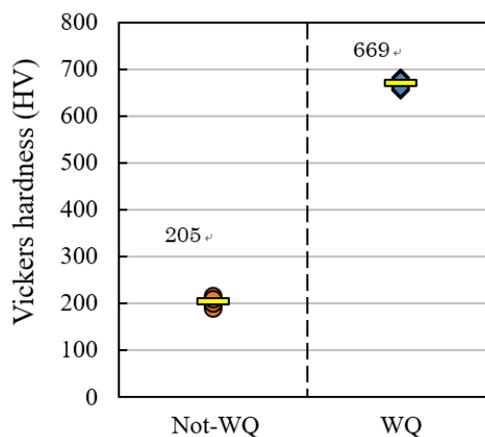


図 3-2.6.7-118 Vickers hardness of S45C: Not-WQ and WQ samples.

(3-2) 鋼中水素量

各材料への水素侵入量を確認するため、10% NH_4SCN 水溶液に 48 h 浸漬した後、水素量を測定した。図 3-2.6.7-119 に得られた水素量(水素放出曲線)の結果を示す。Not-WQ 材(CR 材)において鋼からの水素放出量に 2 つのピークが確認できた。低温側の一次ピークは約 120°C のとき、高温側の二次ピークは 400°C のときである。一方で WQ 材では二次ピークは確認されなかった。二次ピークは転位や析出物によりトラップされた水素であると考えられる。マル

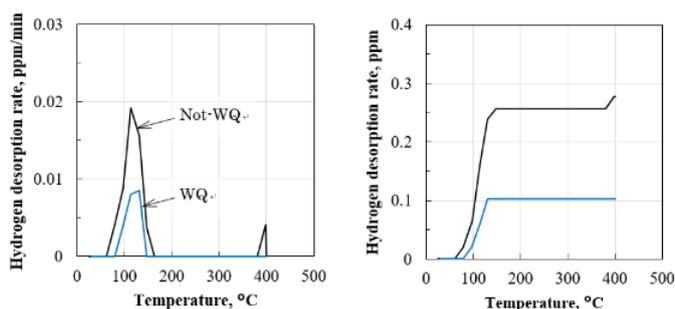


図 3-2.6.7-119 (a) Desorption rate of hydrogen released from the S45C samples vs. heat temperature curves. (b) Variation of the cumulative amount of hydrogen as a function of sample temperature.

テンサイト鋼中の水素は昇温脱離法において、試験片寸法や昇温速度によるものの、

一般的におよそ 100°C–200°C に単一のピークを持つことが知られている。また、WQ 材における一次ピークの水素放出量は Not-WQ 材のおよそ 1/2 であった。図 3-2.6.7-117 の IQ マップに示されるように、Not-WQ 材にはフェライトとセメンタイトのラメラ組織であるパーライト相が存在する。これより Not-WQ 材の一次ピークはセメンタイトとフェライト部境界での水素トラップが緩解していると考ええる。

(3-3) 水素透過量

図 3-2.6.7-120 に S45C-Not-WQ 及び-WQ 材の累計水素透過量を示す。室温および 50°C では水素透過量は 0 ppm であったが、100°C および 150°C では水素透過した。50°C 以下では水素が鋼中を拡散し、もう一方の空間へ移るほどのエネルギーを有さなかったと考える。水素の透過にかかわる要因として表面から鋼中への水素の侵入、鋼中での拡散、表面からの放出の 3 つが挙げられるが、特に鋼表面から中への侵入に必要なエネルギーが不十分と考える。図 3-2.6.7-121 に金属表面近傍における水素の自由エネルギーの模式図を示す。この模式図に表したエネルギー曲線の関係は多くの遷移金属に適用でき、鉄もこれにあてはまる。金属表面に近づいた水素分子は運動エネルギーを失い、金属との van der Waals 力により表面近傍にとどまり、物理吸着の状態となる。水素原子と分子の自由エネルギー曲線の交点は、運動エネルギーを失っていないときの分子のエネルギーより小さい。そのため活性化エネルギーを必要とせず水素分子が原子に解離し、イオン結合または共有結合により金属表面に存在する化学吸着の状態となる。図 3-2.6.7-122 に、金属に固溶する水素原子の自由エネルギーの模式図を示す。図中の E_s は固溶エネルギーである。 E_s は水素分子の自由エネルギーより 27 kJ/mol 高い。したがって、化学吸着状態で金属表面に存在する水素原子が金属に固溶するためには、活性化エネルギーを必要である。本実験において水素圧 0.7 MPa、加熱温度 100°C 以上の熱エネルギーが加えられたとき、水素原子が固溶するために必要な活性化エネルギーに達していないと推測できる。

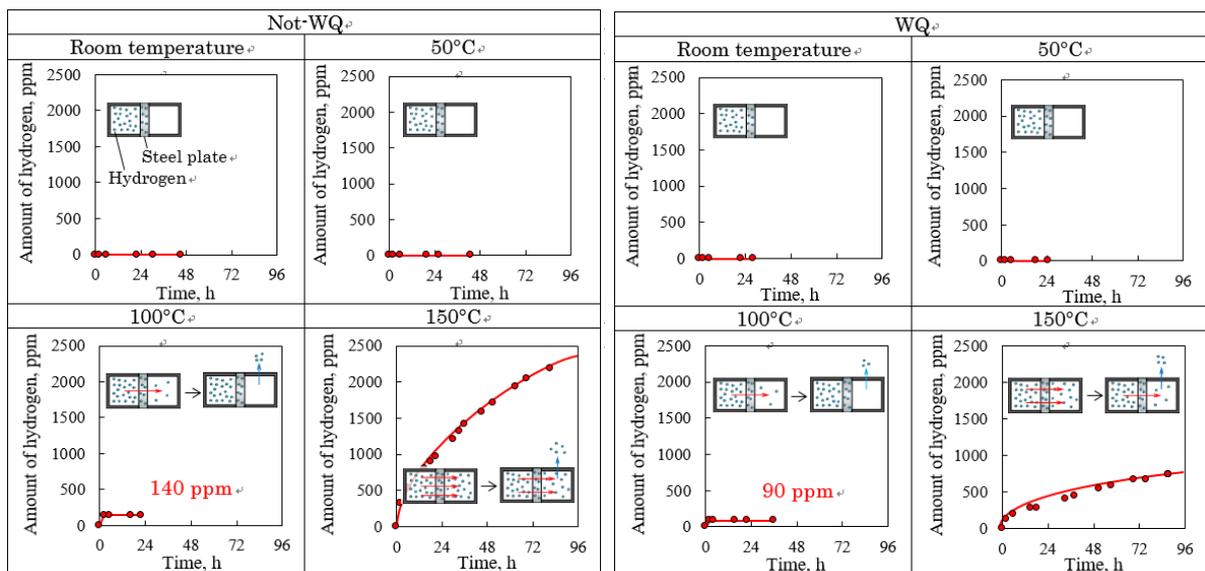


図 3-2.6.7-120 Variation of the hydrogen detected by the diffusivity hydrogen testing system for the Not-WQ and WQ thin plates at various temperatures.

加熱温度 100°C では実験を開始してから最初の測定時のみ、透過した水素が検出された。一方 150°C では非線形的に透過量が増加し、70 h 後も透過し続けた。

100°C の条件で実験したとき、空孔や粒界、転位などのトラップサイトに水素がトラップされる。そして、トラップされた水素(トラップ水素)が拡散する水素の経路を妨げたことで、透過が困難になったと考える。これに対し、150°C では、水素原子のもつエネルギーが大きいいため、一度トラップされた水素がトラップサイトから離脱でき拡散するとともに、トラップ水素による透過の妨害も抑制されたと考える。ただし 150°C の場合も、実験時間の経過に伴い、トラップ水素の増加し、透過率が減少したと考える。なお、図から明らかのように Not-WQ 材の方が 100°C および 150°C とともに水素透過量が高い値を示した。

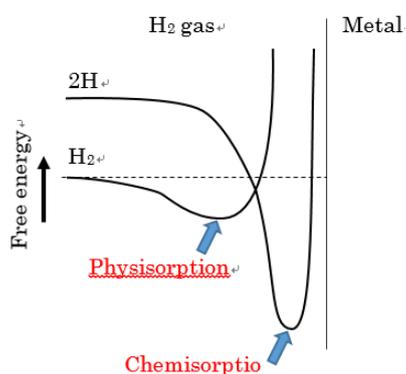


図 3-2.6.7-121 Schematic diagram of free energy curve of hydrogen near metal surface.

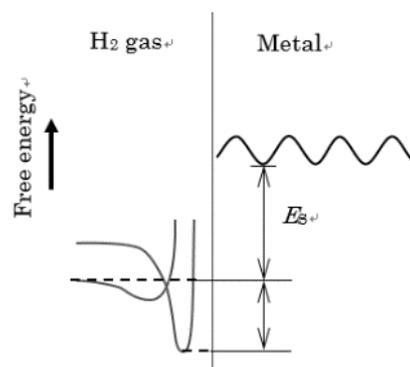


図 3-2.6.7-122 Schematic diagram of free energy curve of hydrogen solution in metal.

図 2-3.6.7-123 は、Not-WQ 材での水素拡散を示す模式図である。この場合、フェライト(α 相)とセメンタイト(θ 相)の界面(I/F $_{\alpha-\theta}$)はトラップサイトとなると推測できる。図 2-3.6.7-124 に金属母相における水素の自由エネルギーおよび、界面での自由エネルギーの模式図を示す。図から明らかのように界面での自由エネルギーは、フェライト相と比べて低い値を推移しており、この結果からも、CR 材のフェライトとセメンタイト界面は、トラップサイトとなりやすいと考える。

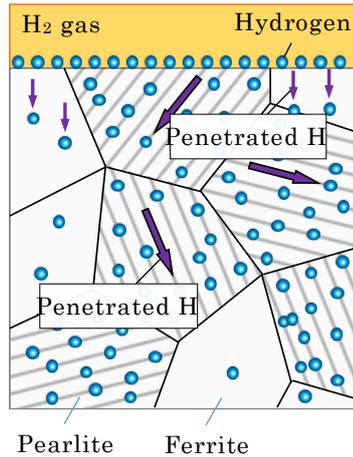


図 3-2.6.7-123 Hydrogen penetration models for Not-WQ, influenced by microstructure.

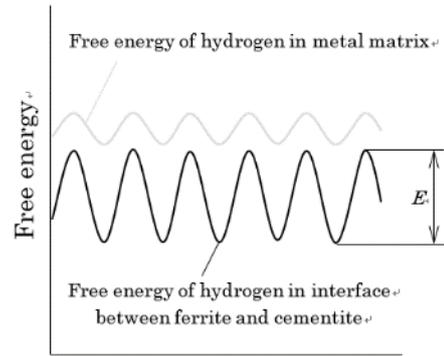


図 3-2.6.7-124 Schematic diagram of free energy curve of hydrogen in metal matrix or interface between ferrite and cementite.

2. ホットスタンピング鋼の水素脆化メカニズムに関する調査

(3-4) 組織観察およびビッカース硬さ

図 3-2.6.7-125 に、EBSD 法により得られた 0%Nb および 0.079%Nb 添加鋼、各熱処理材の IPF マップを示す。Nb には結晶粒微細化の効果があることが知られている。その効果が IPF マップに明瞭に確認できる。しかし、熱処理による組織の差異は判別できなかった。図 3-2.6.7-126 に、0%Nb および 0.079%Nb 添加鋼、各熱処理材のビッカース硬さ試験を実施した結果を示す。0%Nb, 0.079%Nb 添加鋼ともに、WQ 後に BH を実施することでビッカース硬さが低下している。組織写真では変化がなかったが、内部ひずみの減少や過飽和した炭素が微細な炭化物の析出が原因と考える。

各熱処理材ともに、0%Nb 添加鋼に比べて 0.079%Nb 添加鋼の方が硬化した。これは Nb 添加による結晶粒微細化、および Nb 化合物の析出が影響していると考えられる。

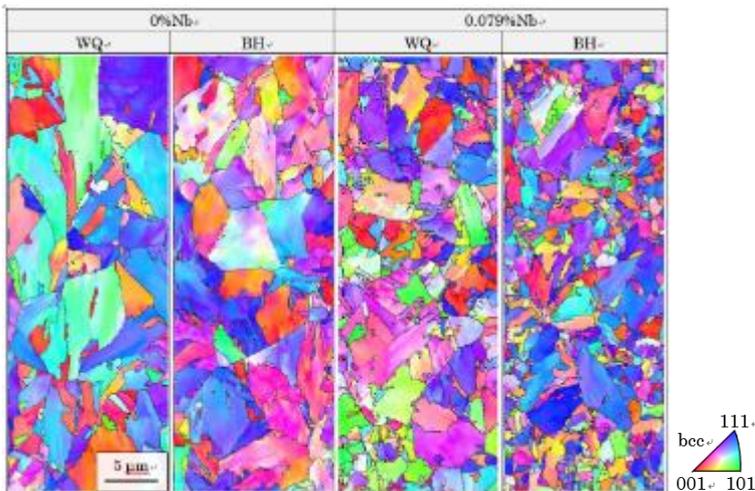


図 3-2.6.7-125 EBSD analysis for Fe-0.3C-2.5Mn-xNb alloy: WQ and BH samples, showing the inverse pole figure.

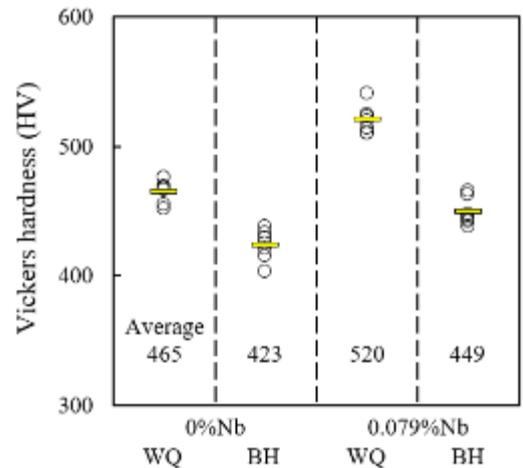


図 3-2.6.7-126 Vickers hardness of Fe-0.3C-2.5Mn-xNb alloy: WQ and BH samples.

(3-5) NbC の析出

図 3-2.6.7-127 に、STEM 観察によって得られた組織写真および元素マッピング画像を示す。WQ, BH 材ともに Nb の析出が確認できる。これは後に述べる 3 次元アトムプローブ分析の結果から、この析出物は NbC であると考えられる。WQ 材に比べ BH 材にある NbC が多く、BH 処理によって NbC がさらに析出したと思われる。その他、WQ, BH 材ではともに MnS が検出された。

図 3-2.6.7-128 に、0%Nb および 0.079%Nb 添加鋼、各熱処理材の引張試験結果を示す。WQ, BH 材ともに、水素未チャージ材より水素チャージ材の延性が低下し、水素脆化が確認できる。WQ 材の水素チャージ材より BH 材の伸びが大きく、水素脆化感受性が低い。高強度である鋼であるほど水素脆化の影響を受けやすい。BH 処理によって生じた強度低下によって、水素脆化感受性が低下したと思われる。水素チャージした 0%Nb 鋼に比べて 0.079%Nb 添加鋼の引張強さ、破断ひずみが高くなっている。この結果から Nb 添加により水素脆化が緩和したと思われる。水素チャージ材において 0%Nb 鋼と 0.079%Nb 添加鋼の破断ひずみの差を比較したとき、WQ 材より BH 材における破断ひずみの差が大きい。この結果、BH 処理により Nb 添加材は、大きな脆化緩和効果があると考えられる。図 3-2.6.7-127 より、BH 処理による NbC 粒子数の増加が確認されたため、NbC が脆化緩和効果に寄与していると思われる。

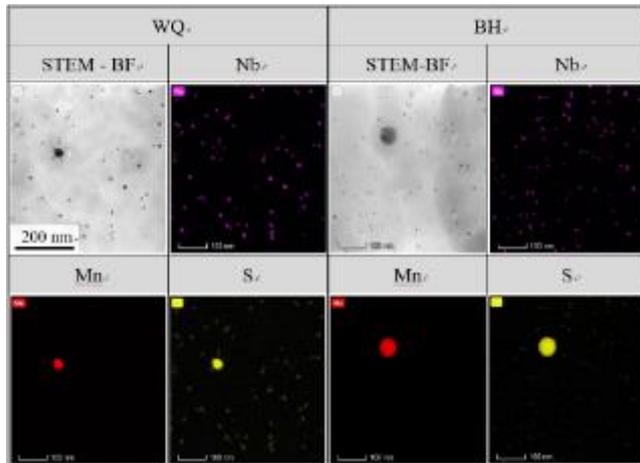


図 3-2.6.7-127 STEM images with EDS mapping for Fe-0.3C-2.5Mn-xNb alloy: WQ and BH samples.

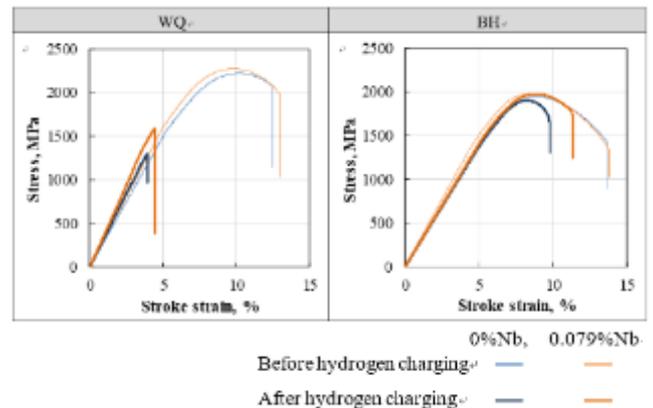


図 3-2.6.7-128 STEM images with EDS mapping for Fe-0.3C-2.5Mn-xNb alloy: WQ and BH samples.

(3-6) Nb 添加による水素脆化緩和

図 3-2.6.7-129 に、各種熱処理を施した 0%Nb および 0.079%Nb 材の引張試験結果を示す。WQ, BH 材ともに、水素未チャージ材より水素チャージ材の方が延性は低下し、水素による脆化が確認できた。WQ 材の水素チャージ材より BH 材の延性は大きく、水素脆化感受性が低かった。高強度である鋼であるほど水素脆化の影響を受けやすいため、BH 処理による強度低下が、水素脆化感受性が低下したと思われる。

水素チャージした 0%Nb 鋼に比べて 0.079%Nb 添加鋼の引張強さ、破断ひずみは高くなっている。この結果から Nb 添加によって水素脆化は緩和したと思われる。

水素チャージ材において 0%Nb と 0.079%Nb 材の破断ひずみは、BH 材の方が WQ 材より大きく、Nb 添加により大きな脆化緩和効果があると考える。BH 処理により NbC 粒子数の増加が図 3-2.6.7-127 で確認されたことから、NbC の増加が脆化緩和効果に寄与したと思われる。そこで、3次元アトムプローブ分析を行い、NbC の水素に対する作用を調査した。

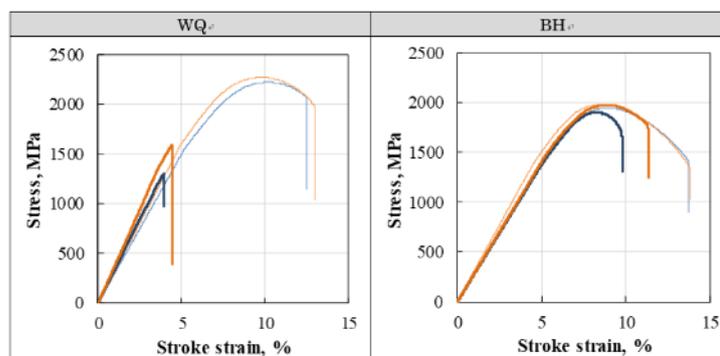


図 3-2.6.7-129 Tensile stress-strain curves for Fe-0.3C-2.5Mn-xNb alloy: WQ and BH samples before and after hydrogen charging.

(3-7) NbC と ϵ 炭化物による水素トラップ

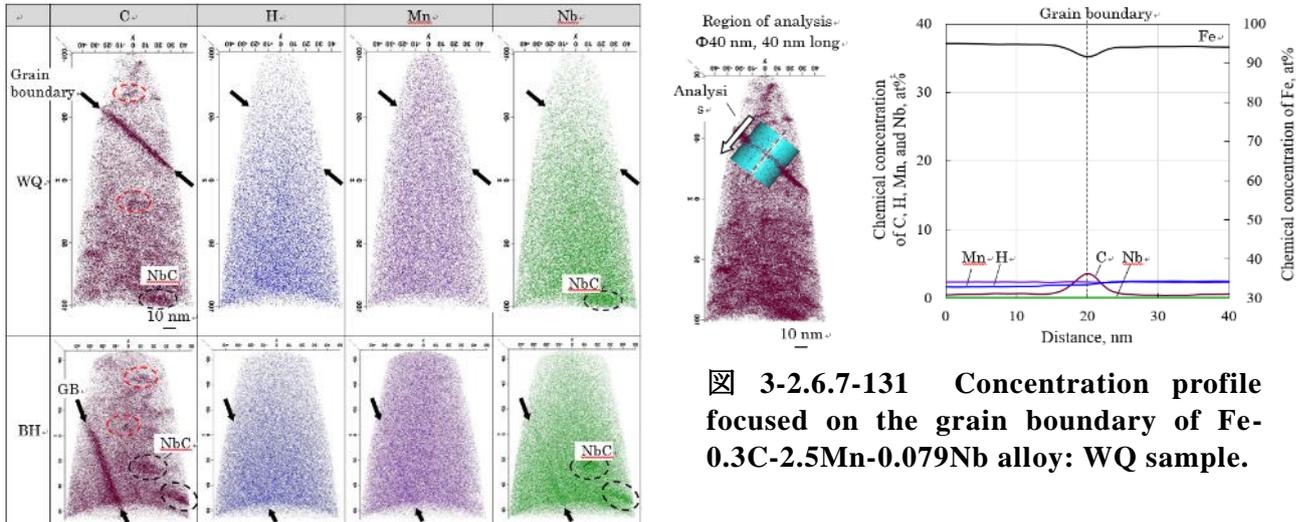
水素のトラップサイトを明確にするため、3次元アトムプローブ分析(3DAPT)を行った。図 3-2.6.7-130 に各熱処理材の C, H, Mn, Nb の原子分布図を示す。なおここでは粒界を炭素の偏析部とした(黒矢印)。C は明瞭な分布が確認できる。H, Mn, Nb は C ほど明確には確認できないが、WQ, BH 材とも C および Nb の析出が確認できた。各熱処理材ともに Nb の集積がなく、かつ C 濃度の高い箇所が確認できた(赤い破線)。これは BH 処理をすることで析出した ϵ 炭化物であると考えられるが、WQ 材でも確認されたことから断言はできない。

図 3-2.6.7-130 の原子分布図は 3次元データを 2次元で示している。粒界や炭化物などの局所的な濃度を確認できないため、解析範囲を定めて元素濃度曲線を得ている。図 3-2.6.7-131 に WQ 材、図 3-2.6.7-132 に BH 材の粒界近傍の元素濃度プロファイルを示す。WQ, BH 材ともに粒界での偏析は C のみ生じている。したがって、粒界における添加元素の影響はないと考える。

粒界は水素のトラップサイトであるが、本結果では水素の集積は確認できなかった。このことから、粒界は結合エネルギーの低い、弱いトラップサイトであるか、または、サンプル作成時に水素が大気中に放出された可能性も考えられる。WQ 材より BH 材の方が H の濃度が高い。図 3-2.6.7-130 から分かるように、針状試験片の先端付近で H 濃度が低く、根元に近づくにつれ濃度が高くなっている。WQ 材試験片の粒界は先端に近かったために、このような結果となったと考えられる。なお、試験片の先端からの距離による水素濃度の差異の原因は不明である。

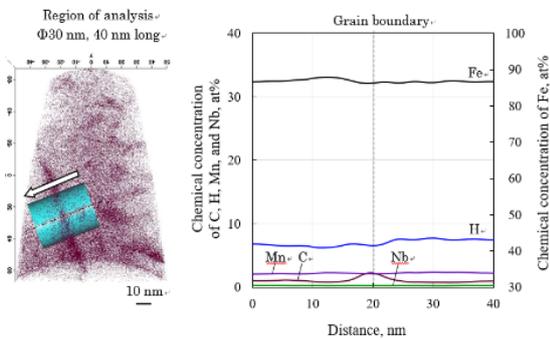
図 3-2.6.7-133 に、BH 材において Nb および C の濃度が高い箇所の元素濃度曲線を示す。この箇所は析出物 NbC だと思われる。NbC の部分では H 濃度がおよそ 30 at% と高い値を示している。試料への水素チャージから 3DAPT まで時間を要しているにもかかわらず NbC に水素が集積していることから、NbC は強いトラップサイトであ

ることが明白であり、この析出物にトラップされた水素は非拡散性の状態にあると思われる。すなわち水素の NbC のトラップにより、拡散性水素の減少し、水素脆化が緩和したと思われる。

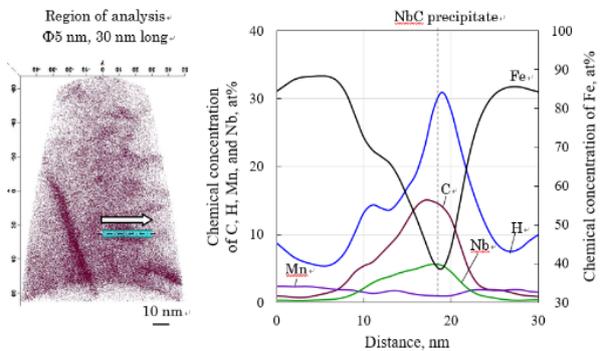


☒ 3-2.6.7-131 Concentration profile focused on the grain boundary of Fe-0.3C-2.5Mn-0.079Nb alloy: WQ sample.

☒ 3-2.6.7-130 Atom probe maps of Fe-0.3C-2.5Mn-0.079Nb alloy: WQ and BH samples, showing the C, H, Mn, and Nb elements.



☒ 3-2.6.7-132 Concentration profile focused on the grain boundary of Fe-0.3C-2.5Mn-0.079Nb alloy: BH sample.



☒ 3-2.6.7-133 Concentration profile focused on high NbC precipitate of Fe-0.3C-2.5Mn-0.079Nb alloy: BH sample.

(3-8) き裂進展速度

図 3-2.6.7-134 は、WQ 材の水素チャージ前後のき裂進展速度結果を示す。水素未チャージ材では、応力拡大係数 ΔK がおよそ 20–120 MPa・m^{1/2} と大きくなるにつれてき裂進展速度 da/dN が増大した。一方水素チャージした試験片では水素での脆性により、 ΔK が 10-40 MPa・m^{1/2} のわずかな増大に対してき裂進展速度 da/dN が著しく増大した。この結果から、水素が鉄鋼内に拡散している場合には、わずかな応力負荷つまり小さな ΔK であってもき裂が容易かつ急激に進展することがわかる。引張による静的負荷だけでなく、疲労による繰り返し負荷においても、き裂進展において水素が影響すると考えられる。本実験により生じた現象は、水素が転位トラップされ、き裂先端領域のせん断変形を局所化して延性破壊の進行を助長する水素助長局所塑性変形 (HELP)理論と関係していると思われる。

水素チャージ材の繰り返し荷重によるき裂、およびストローク速度 1 mm/min で引張試験を実施した際に生じたクラック周辺の結晶方位解析を実施した。図 3-2.6.7-135 に EBSD 法により得られた IPF, IQ, KAM マップを示す。試験荷重の条件によってき裂進展の特徴が異なっている。繰り返し荷重を負荷したとき、き裂は結晶粒内を進展していることが IPF および IQ マップから分かる。それに対して引張静荷重を負荷した際には、旧オーステナイト粒界と思われる箇所に沿ってき裂が進展している。以上から、水素脆化は粒界だけでなく粒内においても影響していると考えられる。また引張荷重を負荷した試験片の IPF, KAM マップより、結晶粒の変形はほとんど確認できない。つまり、塑性変形する前に、き裂は生成および進展していると考えられる。

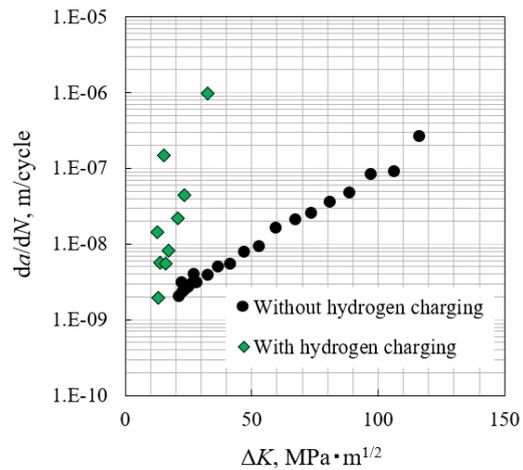


図 3-2.6.7-134 Relationship between crack growth rate (da/dN) and stress intensity factor range (ΔK) for the WQ with and without hydrogen charging.

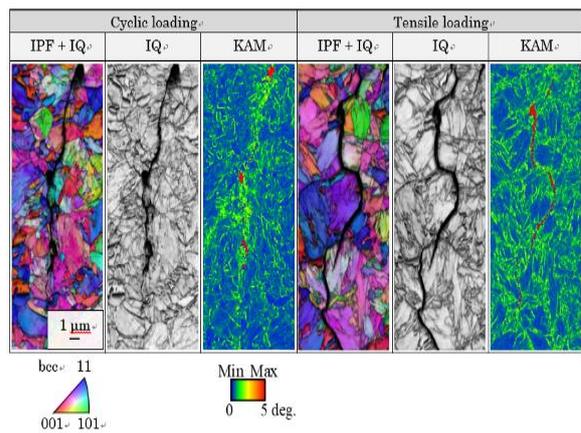


図 3-2.6.7-135 EBSD analysis for both WQ samples after the crack growth test and tensile test after hydrogen charging for 48 h, showing the crack growth characteristics.

3. U字曲げホットスタンピング鋼材の水素脆化感受性に関する影響

(3-9) 水素脆化特性

図 3-2.6.7-136 に BH サンプルの遅延破壊試験の結果を示す。BH-0.05Nb-0.5Mo 材で

は、高い遅れ破壊抵抗が確認できる。これは引張強度特性と同様の結果を示している。図から明らかのように BH-0.05Nb-0.5Mo 材は、168 時間以上の荷重をかけても破壊しなかった。一方、BH-0Nb-0Mo 材は低い破壊抵抗を示すことから、0.05Nb や 0.5Mo などの添加により遅延破壊が改善されたと考える。図 3-2.6.7-136 (b)に U 字曲げ試験片のき裂写真を示す。このき裂の進展速度は約 8×10^6 m/s であり、き裂生成後、短時間で最終破断に至ることがわかった。

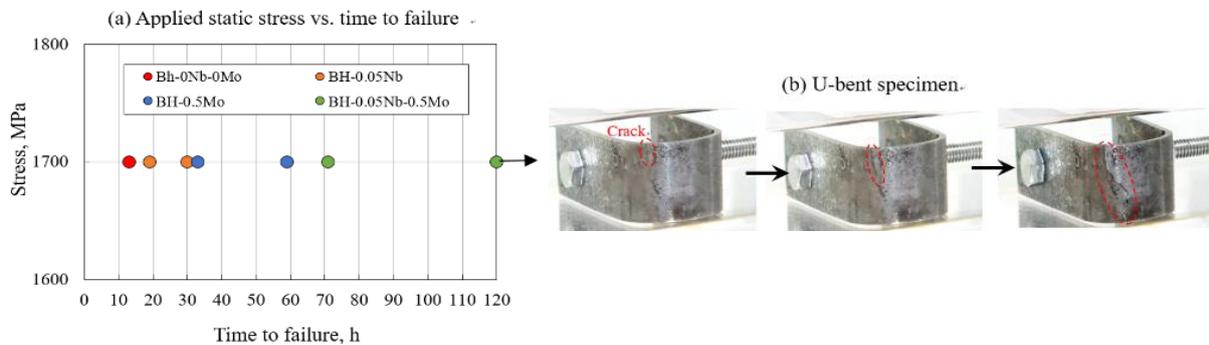


図 3-2.6.7-136 (a) The relationship between the applied static stress and time to failure for BH samples and (b) Photographs of U-bent specimen showing crack.

図 3-2.6.7-137 に引張試験後の WQ と BH 材の破面写真を示す。図 3-2.6.7-137(a)(b)より、水素チャージしていない両サンプルは、試験片が大きく変形し、ディンプルによる延性破壊で支配されている。水素チャージしたサンプルでは、図 3-2.6.7-137(c)に示すように、WQ 材は、破壊面が平坦で脆性的な破壊が確認でき、ここでは旧オーステナイト粒界に沿ってき裂が進展していた。一方、BH 材は、水素チャージ後も延性破壊が支配的であり、耐遅れ破壊に強いことが確認できる。この原因は、先に述べた Nb, Mo, ϵ 炭化物などの析出物による水素トラップが関係していると考えられる。

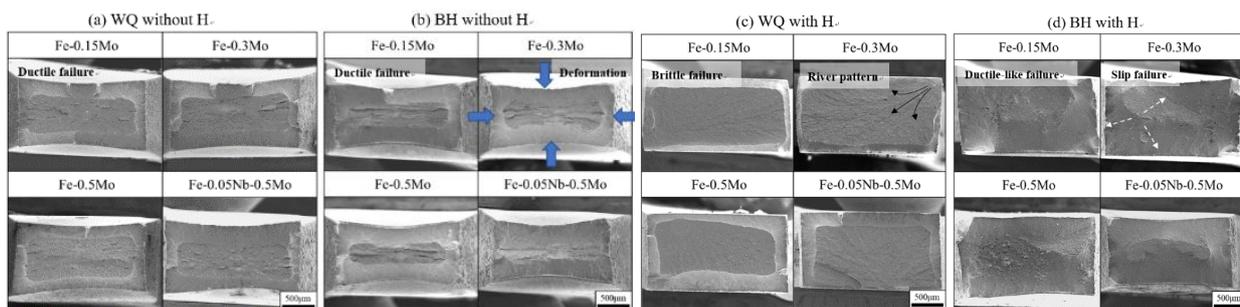


図 3-2.6.7-137 SEM images of fracture surfaces of the Fe-xNb-xMo steels: (a) WQ and BH samples without hydrogen charging; (b) WQ and BH sample with hydrogen charging.

トラップサイトを確認するため、STEM 分析を行った。図 3-2.6.7-138(a)に、WQ-0.5Mo、BH-0.5Mo、および BH-0.05Nb-0.5Mo 材の STEM 像を示す。全てのサンプルは、マルテンサイト相で構成されるが、析出物の特性が異なった。ここでは、 ϵ 炭化物、Mo、Nb ベースの析出物が考えられる。WQ 材では析出物が小さく、数も少ないことがわかる。これに対し、BH-0.05Nb-0.5Mo 材は粗大化した析出物が確認できる。よっ

て、粗大化した析出物が、水素の強いトラップサイトになったと考える。

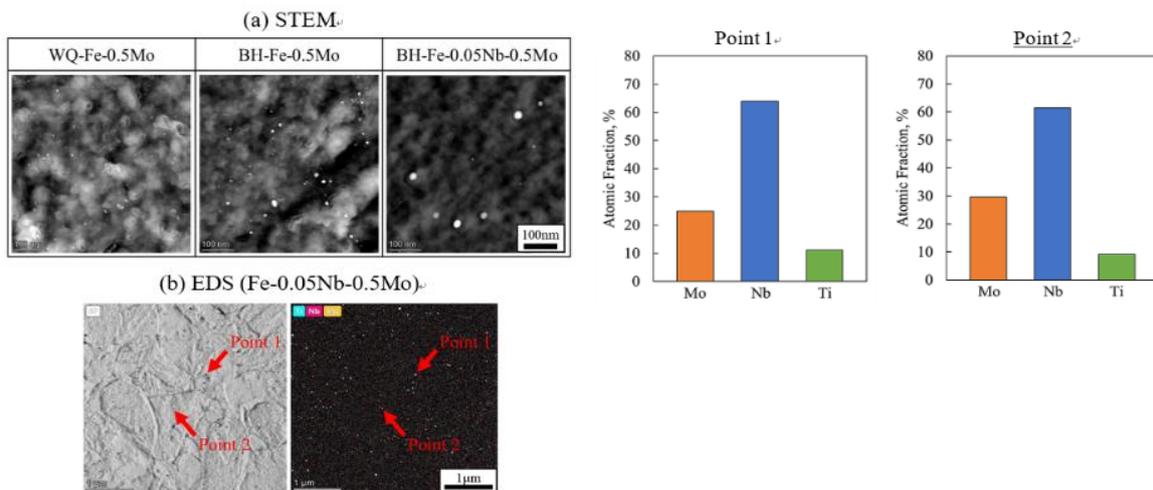


図 3-2.6.7-138 (a) STEM images for the WQ-0.5Mo, BH-0.5Mo and BH-0.05Nb-0.5Mo steels, showing ϵ -carbide, Nb- and Mo-base precipitates; (b) STEM images with EDX mapping for the precipitates in the BH-0.05Nb-0.5Mo steel.

(3-10) 遅延破壊試験

図 3-2.6.7-139(a)に、HS-920°C および HS-1000°C-U字曲げ試験片の破壊までのサイクル数を示す。繰返し負荷は、試験片を NH₄SCN 溶液に 1 時間および 48 時間浸漬した後に加えた。まず両サンプルともに浸漬時間が短い 1 時間の方が遅れ破壊の抵抗は高い値を示した。これは水素の拡散量が少ないためと考えられる。また負荷荷重が少ないほど破壊までの時間が長くなっている。一方、HS-920°C と HS-1000°C 材との比較では、HS-920°C 材の方が遅れ破壊抵抗が高くなっている。これは HS-920°C 材で確認できた炭化物の析出がトラップサイトになったことと、HS-1000°C 材の粗大化した旧オーステナイト相が粒界に水素がトラップして脆化を促進させたと考える。

図 3-2.6.7-139(b)は、HS-920°C および HS-1000°C 材の静的荷重条件における遅延破壊試験結果を示す。まず、繰返し負荷条件と同様に HS-920°C 材の方が HS-1000°C 材より高い破壊抵抗を示した。この理由についても先に述べたように異なる組織構造が原因と考える。

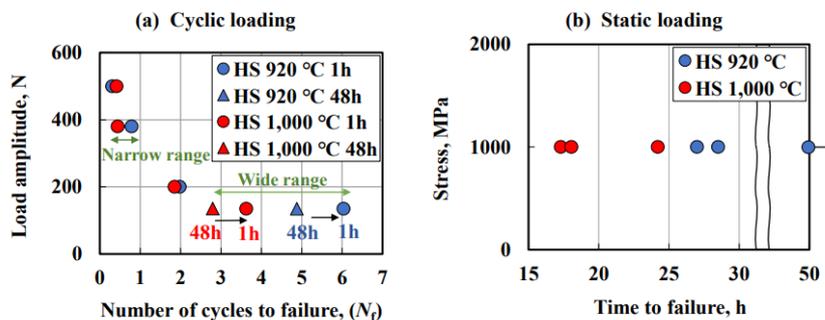


図 3-2.6.7-139 (a) The relationship between the load amplitude and the number of cycles to final fracture for HS-920°C and HS-1000°C. (b) The relationship between the applied static stress and time to failure for HS-920°C and HS-1000°C.

(3-11) 遅延破壊試験の損傷解析

図 3-2.6.7-140 は、遅延破壊試験後の U 字曲げ試験片の外観写真を示す。図から明らかのように負荷条件により、破壊場所が異なっている。繰返し負荷試験の場合は、U 字曲げ試験片の先端部から破壊し、ボルト固定試験では、R 部とストレート部の境界部から破壊している。これは U 字曲げ試験片にかかる応力状態の変化が原因と考えられる。先に述べたが、繰返し負荷試験では試験片をユニバーサルジョイント治具で固定している。一方、静的負荷試験は、ボルトによる完全固定となる。この応力分布を確認するため、有限要素法解析を行った。図 3-2.6.7-141 は、2 つの試験片固定条件における U 字曲げ試験片のミーゼス応力の分布を示す。解析結果から応力分布の相違が明らかであり、高い応力部から、破壊が起こったと考えられる。

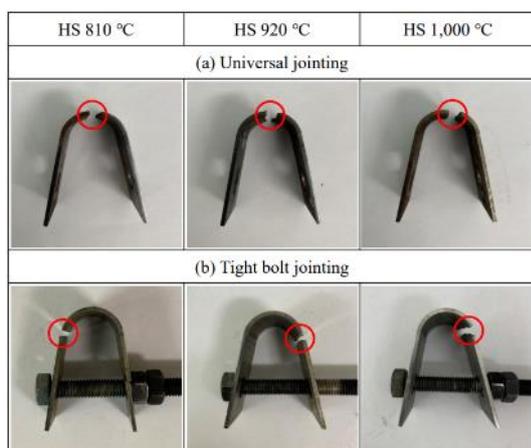


図 3-2.6.7-140 Photographs of the U-bent specimens of HS-810°C, HS-920°C, and HS-1000°C after the delayed failure tests, showing fracture area in the specimens with (a) universal jointing and (b) tight bolt jointing.

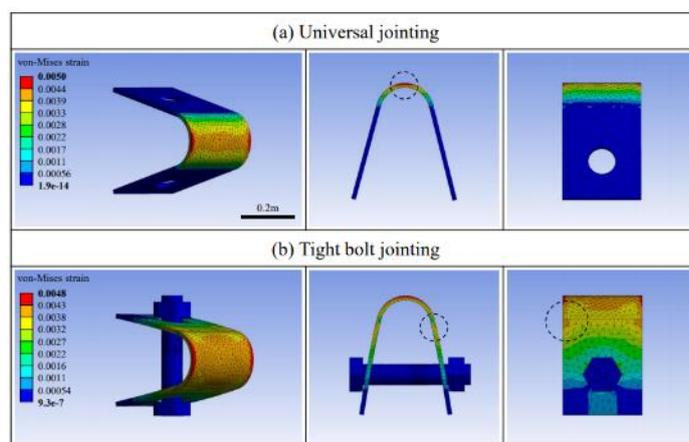


図 3-2.6.7-141 The von Mises strain distribution of U-bent specimen loaded by (a) universal jointing and (b) tight bolt jointing.

(3-12) まとめ

1. 炭素鋼中の水素拡散性に関する基礎調査

1) 鋼材の温度が常温および 50°C では、水素の浸透および拡散は確認できなかった。一方、100°C 以上の条件で、水素は鋼材に拡散することを確認できた。

2) 鋼材が 100°C では、加熱から 2 h 後には水素の透過および拡散がほとんど起こらなかった。鋼中にトラップされた水素がその後の水素拡散を妨げたと考えられる。しかし、鋼材を 150°C に加熱すると、水素の透過量は低下するが、70 h までの拡散は確認できた。

3) 鋼材を焼入れすることにより水素の透過量が増大した。これは鋼材のフェライトとセメンタイト界面が強い拡散経路になっているためと考える。

2. ホットスタンピング鋼の水素脆化メカニズムに関する調査

4) 鋼材に Nb を添加し、BH 処理を施すことにより、水素脆化は緩和した。STEM-EDX 分析の結果から、BH 処理によって NbC の粒子数が増加しており、これら析出物がトラップサイトになったと考える。

5) NbC の析出物には H 濃度がその周囲の約 3 倍に増加しており水素が強く集積していると考ええる。

6) WC 材に水素をチャージすることにより、低い応力拡大係数範囲 ΔK でき裂速度 da/dN が急激に増加した。水素拡散が、き裂周辺のすべりや転位に強く起こっていると考える。

7) 水素をチャージした鋼材に繰返し負荷を加えると結晶粒内をき裂が進展し、引張負荷時の粒界破壊とは異なる結果となった。よって水素は粒界だけでなく粒内にもとどまる可能性があると考ええる。

3. U 字曲げホットスタンピング鋼材の水素脆化感受性に関する影響

8) 鋼材の破壊抵抗は 0.05Nb や 0.5Mo の添加で、トラップサイトが形成されることから改善された。トラップサイトが無い場合、水素は旧オーステナイト相粒界に蓄積され、脆性破壊が起こった。

9) HS-920°C 材では、HS-1000°C 材より遅れ破壊の抵抗が高かった。これは HS-920°C 材で確認できた炭化物がトラップサイトになったためと考える。一方、HS-1000°C 材では粗大化した旧オーステナイト相が粒界に水素が強くトラップして脆化を促進させたと考ええる。

10) U 字曲げ試験片の実験により、水素は高い応力場でトラップされることが分かった。これは転位密度や格子ひずみの増大により水素が強く集積されたためと考える。

【課題②】 応力、ひずみ、水素濃度分布およびマイクロ組織損傷の定量化のための要素技術の確立

【阪大工学研究科分室 大阪大学】

(1) 背景及び目的

自動車用鋼板を対象とした水素脆化割れ特性評価試験手法の一つとして、短冊状の薄板の U 曲げボルト締め試験が提案されている。しかし、U 曲げボルト締め試験片の曲げ頭頂部での塑性ひずみや応力、さらにはこれらの分布に起因して変化する拡散性水素の局在化挙動を精度良く評価する手法が確立されておらず、実際の割れ発生位置と力学量との関係が必ずしも対応しないという課題が残る。

そこで本課題では、1500 MPa 級超高強度鋼部材を対象として、U 曲げボルト締め試験片表面の塑性ひずみ分布・応力分布をマクロスケールのみならず数百 μm 以下のオーダーで計測する技術を確認する。また、陰極水素チャージ実験中の割れの発生場所・時期を高精度に検出する技術を確認する。さらに、確認した計測技術と三次元 FEM による弾塑性及び水素拡散解析を援用して水素脆化割れ挙動と応力・ひずみ分布状態との関係を解析する。

(2) 実験方法および結果

(2-1) U 曲げボルト締め過程の塑性ひずみ分布・応力分布計測

供試鋼材に板厚 1.6mm で引張強さ 1500 MPa 級の自動車用超高強度薄鋼板を用い、U 曲げ加工後にボルト締めが可能な穴付き短冊状試験片を作製し実験に供した。U 曲げ過程における試験片表面のひずみ分布の履歴を実験により計測するための特殊な U 曲げ加工・除荷試験治具を製作し、2 台の CCD カメラを用いて試験片表面の三次元変位を撮影することでデジタル画像相関法によってひずみ分布を実測することに成功した。

曲げ半径 R が 10mm と 20mm のケースについて、U 曲げ過程で計測した曲げ頭頂部近傍の長手方向ひずみ分布の履歴を図 3-2.6.7-142 に示す。R が小さい場合に頭頂部の板幅中央部でややひずみが大きくなること、また、約 10mm~15mm 程度の押込み変位で頭頂部近傍のひずみ分布はほぼ一定になることなどがわかった。

さらに、U 曲げによって塑性ひずみが導入された試験片に対してボルト締めによって応力を付加し、ボルト締め過程における試験片表面の応力分布を X 線応力測定装置によって測定した。図 3-2.6.7-143 は、一例として、R=10mm の U 曲げ加工・除荷後の試験片を種々の締込み量でボルト締めした際の、X 線応力測定装置で計測した曲げ頭頂部の X 方向・Y 方向応力の板幅方向分布の履歴を示したものである。U 曲げ除荷時には約 600MPa 程度の X 方向圧縮応力が存在していること、また、ボルト締め完了時には約 1600MPa 程度の X 方向引張応力が生じていることがわかった。

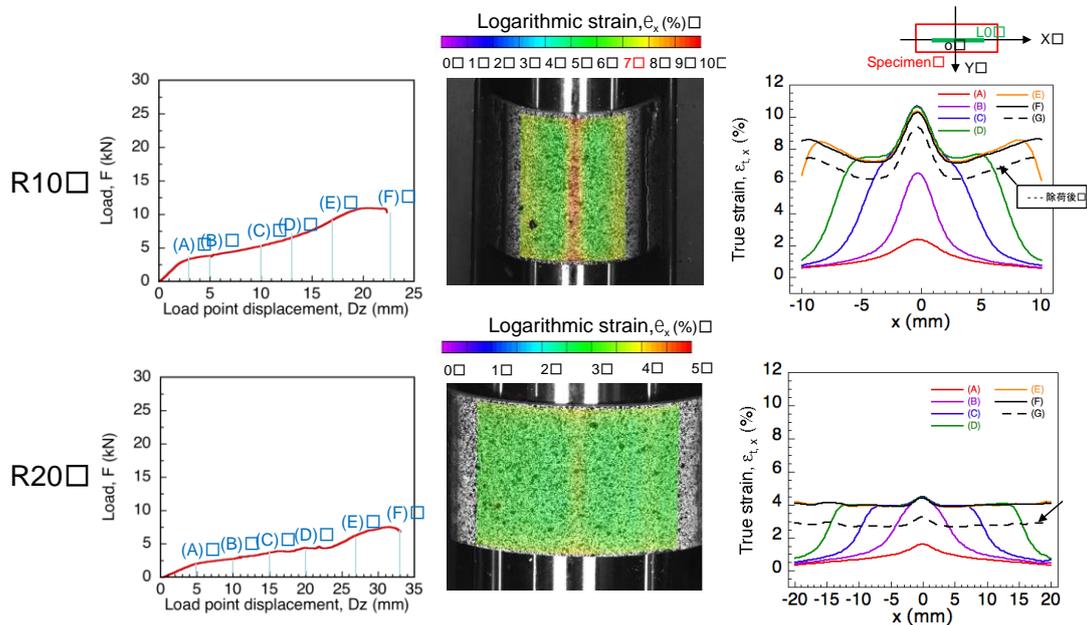


図 3-2.6.7-142 U 曲げ過程で計測した曲げ頭頂部近傍の長手方向ひずみ分布の履歴

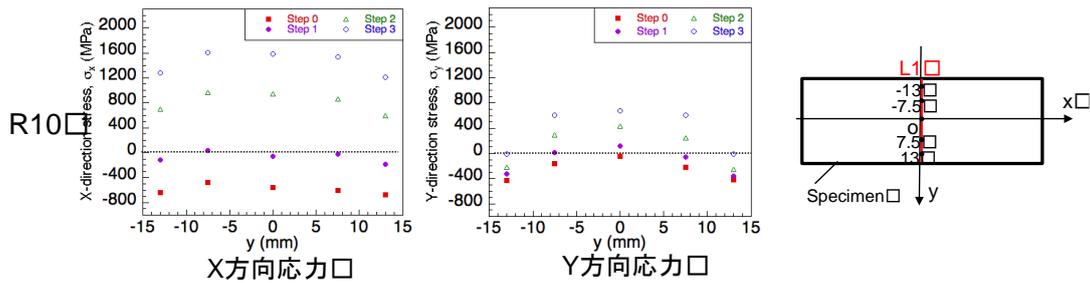


図 3-2.6.7-143 ボルト締め過程の曲げ頭頂部の X 方向および Y 方向応力の板幅方向分布の履歴

このような U 曲げ・ボルト締め過程における変形挙動および表面の応力・ひずみ分布を再現するための三次元弾塑性 FEM 解析手法について、治具と試験片の摩擦係数と治具同士の間隔に着目して検討した。その結果、本解析により、実験で得られた頭頂部における U 曲げ過程におけるひずみ分布、ならびにボルト締め過程における応力分布の履歴を精度よく再現できることがわかった。

以上の結果から、水素割れの影響因子である静水圧応力と相当塑性ひずみの情報を板表面だけでなく内部も含めて三次元弾塑性 FEM 解析により取得できることがわかった。そこで、U 曲げ試験片中で水素脆化割れ発生が危惧される位置についての考察を行った。図 3-2.6.7-144 は、R10 試験片のボルト締め過程における頭頂部の板厚中央部における板厚方向の静水圧応力分布と塑性ひずみ分布の履歴を示したものである。特に静水圧応力が最大となる位置に関しては、ボルト締めの初段階（頭頂部表面の応力が小さい段階）では頭頂部から少し離れた位置における板厚方向内部に存在し、ボルト締め最終段階になってはじめて最大値が板表面部に現れることがわかった。

このような応力・ひずみ場の FEM 解析手法は、水素割れ挙動の解明や、静水圧応力を駆動力とする水素拡散の数値解析へ展開が期待される。一方で、U 曲げ試験においては、条件によってはボルト締め込み量を変化させることでは、頭頂部表面からの割れ限界に及ぼす応力の影響を必ずしも適切に実験・評価できないことも示唆された。

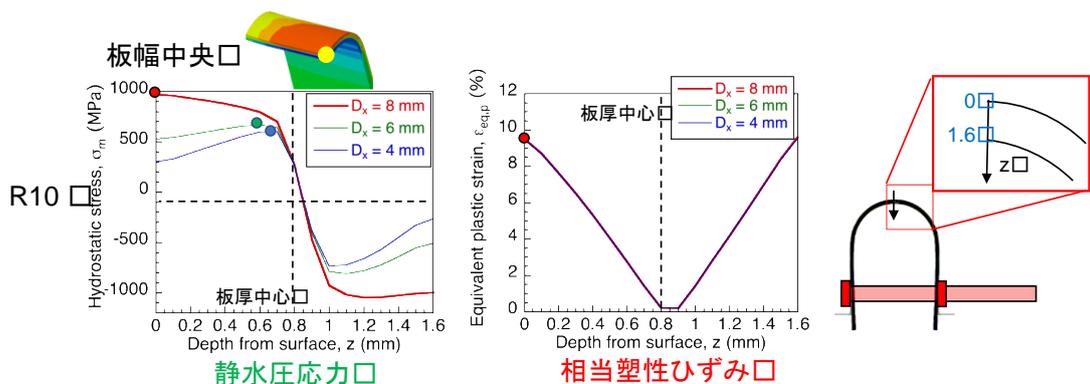
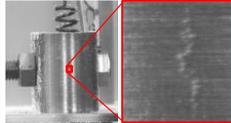
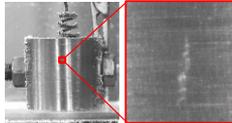
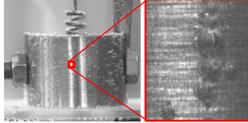
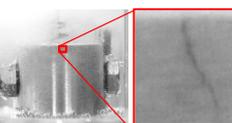
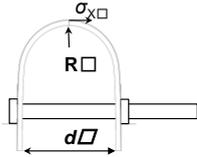


図 3-2.6.7-144 三次元弾塑性 FEM 解析で得られたボルト締め過程の板厚方向の静水圧応力分布と相当塑性ひずみ分布 (R10)

表 3-2.6.7-10 水素割れ発生限界(発生挙動と発生時間)に及ぼす塑性ひずみ及び負荷応力の影響

d	σ_x	電流密度 (A/m ²)	曲げ半径 R (mm)		
			10	15	20
2R (最大締め込み)	$1.2\sigma_T$	3.5	3 min 	9 min 	30 min 
2.5R	$0.9\sigma_T$	150	—	21 h 	
2.8R	$0.6\sigma_T$	150	—	割れ発生なし	—

(2-3) 割れ限界に及ぼす塑性ひずみ・応力・拡散性水素量の評価試験

割れ限界に及ぼす塑性ひずみ・応力・拡散性水素量の影響を広い条件範囲において評価するための試験法を考え、実験および評価を行った。設計した試験片は厚さ 0.5mm、幅 1.0mm の板状の微小引張試験片で、平行部中央に板厚方向に R=2.0mm、深さ 0.05 mm の浅い切欠きを両面に導入した。これは、U 曲げ試験片の頂上部に近い応力状態を切欠き底断面中央で再現するものとして設計したものである。この微小試験片に対して引張負荷によって塑性ひずみを付与し、陰極水素チャージを行った後、大気中で引張試験を行うことで切欠き底断面中央からの割れ限界荷重を取得した。なお、引張負荷中は試験片表面のひずみ分布を双眼顕微鏡を用いた DIC 法により計測して、割れ発生位置を特定した。実験は、付与する塑性ひずみレベルと水素チャージ条件をそれぞれ変化させた条件で行った。

全ての条件で行った塑性ひずみ付与過程（予ひずみ付与過程）およびその後の水素チャージ後の引張試験時の荷重応答と破断（割れ発生）荷重を図 3-2.6.7-146 に示す。多くの条件で最終引張試験時に弾性域で割れ（破断）が生じ、環境水素量（採用した陰極チャージ条件下で素材にチャージされる飽和水素量）が 1.71ppm 以上の条件では全てにおいて粒界破面を呈した。また、最終引張試験時に計測したひずみ分布の変化挙動と破面観察結果とあわせて、いずれも割れは試験片内部を起点として発生したことを示唆する結果が得られた。

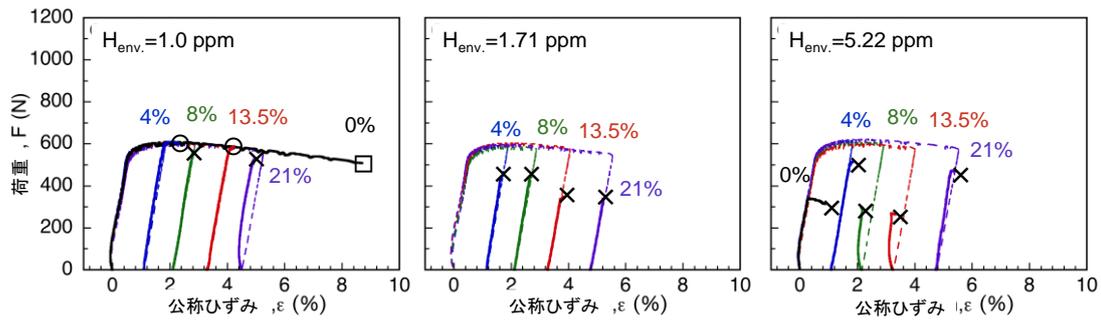


図 3-2.6.7-146 塑性ひずみ付与過程およびその後の水素チャージ後の引張試験時の荷重応答

実験を行った引張り予ひずみ付与（除荷） - 水素チャージ - 引張り破断試験の全過程を、FEM を用いてそれぞれ弾塑性解析、水素拡散解析、弾性解析を行った。その結果を用いて、実験で特定された割れ発生荷重時の割れ起点における塑性ひずみ、最大主応力および拡散性水素量の関係を求めた。得られた結果を図 3-2.6.7-147 に示すように、予ひずみ量によって傾向が異なることがわかった。材料の一樣伸び相当のひずみ範囲（8%程度以下）では、水素量が多い領域において予ひずみが大きいほど限界応力が低くなる傾向が見られたが、さらに大きな予ひずみを付与した際には、逆に限界応力は大きくなる傾向が見られた。これは、一樣伸び以上の大きな塑性ひずみが付与した際に生じ始めるマイクロボイドに水素がトラップされることで、粒界への水素集積量が少なくなったことが原因の一つとかが得られるが、今後の詳細検討が必要である。

このような試験および解析結果に基づき、水素割れの局所限界条件が定量化できることが示された。

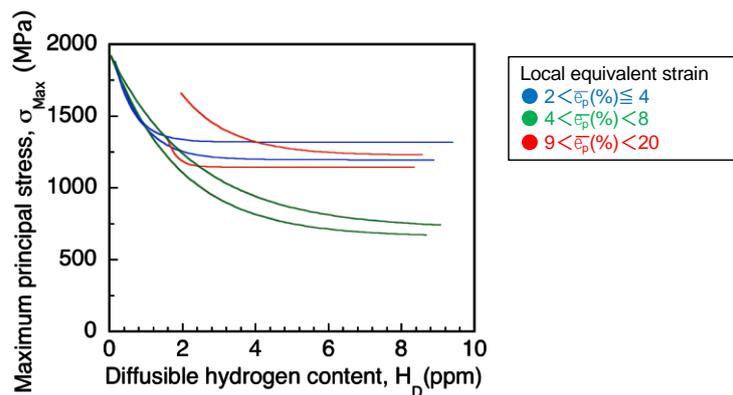


図 3-2.6.7-147 割れ発生荷重時の割れ起点における塑性ひずみ、最大主応力および拡散性水素量の関係

【千葉分室 再委託 京都大学】

(1) 背景及び目的

革新鋼板の水素脆化評価技術の開発のためには、試験条件および試験環境による応力、ひずみおよび水素濃度分布の変化が水素脆化割れ限界に及ぼす影響を明確化するとともに、塑性加工による応力、ひずみおよび水素濃度分布とマイクロ組織損傷の定量化のための技術構築が必要になる。

ラスマルテンサイト組織はほとんどの革新鋼板を構成する組織であるが、ラス、ブロック、パケット、旧オーステナイト粒といった種々の大きさのマイクロ組織で構成された非常に複雑な組織となっている。ラスは幅 $0.2 \mu\text{m}$ 程度の板状の組織であり、 $10^{14} \sim 10^{15} \text{ m}^{-2}$ ほどの高密度の転位を含む。一方、ブロックはほぼ同じ結晶方位を有するマルテンサイトラスの集合、パケットはほぼ同じ晶癖面を有するマルテンサイトラスの集合である。本研究では、複雑なラスマルテンサイト組織を有する焼き戻しマルテンサイト鋼およびマルテンサイト・フェライト 2 相鋼を研究対象として、塑性加工材における水素脆性クラック発生サイトの同定・予測のための技術構築を目指し、走査型電子顕微鏡 (scanning electron microscopy、SEM) 像を用いた画像相関 (digital Image Correlation、DIC) 法による局所ひずみ分布の測定を行うことによって、マイクロ組織レベルすなわち数百ミクロン以下のオーダーでの局所塑性ひずみ分布を正確に把握し、その塑性ひずみ分布と水素脆性クラック発生サイトの相関を明らかにすることを目的とした。

(2) 実験方法および結果

材料として商用の SCM435 鋼を用いた。熱処理を変化させることにより、焼き戻しマルテンサイト組織およびマルテンサイト・フェライト 2 相組織の 2 種類の組織を有する試料を作製した。(以下では、それぞれの試料を焼き戻しマルテンサイト鋼および DP 鋼と呼ぶ)。引張試験の結果、焼き戻しマルテンサイト鋼と DP 鋼の引張強度はそれぞれ 1513MPa、1572MPa であり、ともに 1500MPa 以上であったため、これらの試料は革新鋼板のモデル材料として取り扱うことができる。熱処理後の試料のマイクロ組織は SEM を用いて観察し、結晶方位解析には SEM により得られる電子線後方散乱回折 (Electron backscattering diffraction pattern、EBSD) パターンを利用して行った。試験片に室温にて引張変形を付加し、引張変形前の SEM 像とそれぞれの変形量における SEM 像を用いた DIC 解析を行うことによって、マイクロ組織レベルでの組織損傷 (塑性ひずみ分布) を調べた。さらに、引張変形による塑性変形を施した試料に対して、除荷後に陰極電界法による水素チャージを行うことによって水素を導入し、再度引張変形を付加することによって、水素脆性クラックの発生サイトを同定し、DIC 解析によって同定した局所塑性ひずみ分布と水素脆性クラックの発生サイトの相関を調べた。

図 3-2.6.7-148 は DIC 解析によって調べた引張変形中（付加応力：(a) 533MPa、(b) 800MPa）の局所塑性ひずみ分布である。マイクロレベルにおいてもひずみは不均一であることがわかる。また、マルテンサイトマイクロ組織中のブロックやパッケージ毎にひずみ量が異なっている傾向が確認でき、さらに旧オーステナイト粒界近傍にひずみが

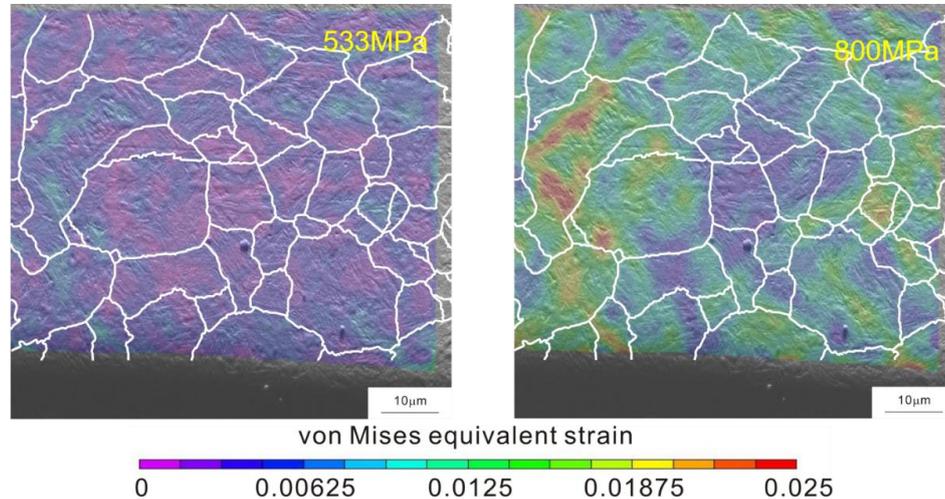


図 3-2.6.7-148 DIC 解析によって調べた引張変形中の局所塑性ひずみ分布（焼き戻しマルテンサイト鋼、付加応力：(a) 533MPa、(b) 800MPa）。

集中している領域も存在している。この結果より、焼き戻しマルテンサイト鋼の局所塑性変形挙動はマルテンサイトマイクロ組織に大きな影響を受けることが明らかとなった。

図 3-2.6.7-148(b)に示したように応力 800MPa まで引張予変形を付加した試料に対して、水素チャージを行うことによって水素を導入した後、再度引張変形を付加した試料の SEM 像を図 3-2.6.7-149(a)に示す。比較的塑性ひずみ量の多い旧オーステナイト粒界近傍にて水素脆性クラックが発生していることがわかる（図 3-2.6.7-149(b)）。つまり、局所塑性ひずみ多い領域が水素脆性クラックの発生サイトとなることが明らかとなった。図 3-2.6.7-150 は DP 鋼の(a) SEM 像、(b) EBSD 方位マップ、(c) EBSD-IQ マップである。図 3-2.6.7-150(c) のように EBSD-IQ マップを用いることによって、フェライト相とマルテンサイト相を明確に区別することが可能である。図 3-2.6.7-151(a)に応力 1133MPa の引張変形を付加した際の DP 鋼の局所塑性ひずみ分布を DIC により調べた結果を示す。マイクロ組織中のフェライト相とマルテンサイト相の間の界面近傍に塑性ひずみが集中していることがわかる。図 3-2.6.7-151(a)のように、付加応力 1133MPa まで引張予変形を付加した試料に対して水素チャージを行うことによって水素を導入した後、破断まで引張変形を付加した試料の SEM 像を図 3-2.6.7-151(b)に示す。観察領域は図 3-2.6.7-149(a)と同じであり、塑性ひずみが集中していた箇所に矢印で示すような微小な水素脆性クラックが発生していることがわかる。以上の結果より、図 3-2.6.7-149 に示した焼き戻しマルテンサイト鋼の場合と同様に、DP 鋼において予変形時に大きな塑性ひずみを受けた箇所が水素脆性クラックの発生サイトとなることが明らかとなった。以上より、SEM 像を用いた DIC 法によ

る塑性ひずみ分布測定は、マイクロ組織レベルでの組織損傷の測定および水素脆性クラックの発生を予測する方法として非常に有用であると言える。

図 3-2.6.7-150 は DP 鋼の(a) SEM 像、(b) EBSD 方位マップ、(c) EBSD-IQ マップである。図 3-2.6.7-150(c) のように EBSD-IQ マップを用いることによって、フェライト相とマルテンサイト相を明確に区別することが可能である。図 3-2.6.7-151(a)に応力 1133MPa の引張変形を付加した際の DP 鋼の局所塑性ひずみ分布を DIC により調べた結果を示す。マイクロ組織中のフェライト相とマルテンサイト相の間の界面近傍に塑性ひずみが集中していることがわかる。図 3-2.6.7-151(a)のように、付加応力 1133MPa まで引張予変形を付加した試料に対して水素チャージを行うことによって水素を導入した後、破断まで引張変形を付加した試料の SEM 像を図 3-2.6.7-151(b)に示す。観察領域は図 3-2.6.7-151(a)と同じであり、塑性ひずみが集中していた箇所に矢印で示すような微小な水素脆性クラックが発生していることがわかる。以上の結果より、図 3-2.6.7-149 に示した焼き戻しマルテンサイト鋼の場合と同様に、DP 鋼において予変形時に大きな塑性ひずみを受けた箇所が水素脆性クラックの発生サイトとなることが明らかとなった。以上より、SEM 像を用いた DIC 法による塑性ひずみ分布測定は、マイクロ組織レベルでの組織損傷の測定および水素脆性クラックの発生を予測する方法として非常に有用であると言える。

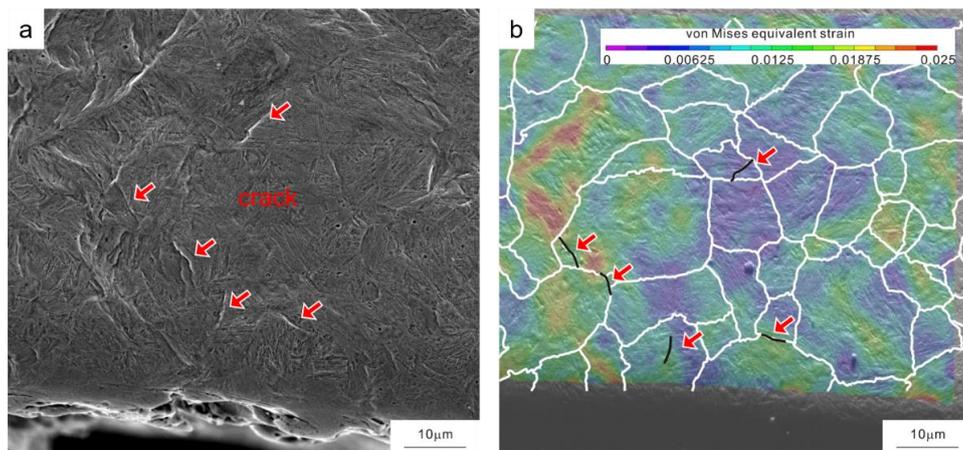


図 3-2.6.7-149 水素脆性クラックの発生サイトと局所塑性ひずみ分布の関係 (焼き戻しマルテンサイト鋼、(a) 水素チャージ後に引張変形を付加した材料の SEM 像、(b) 局所塑性ひずみ分布応力 (800MPa))。

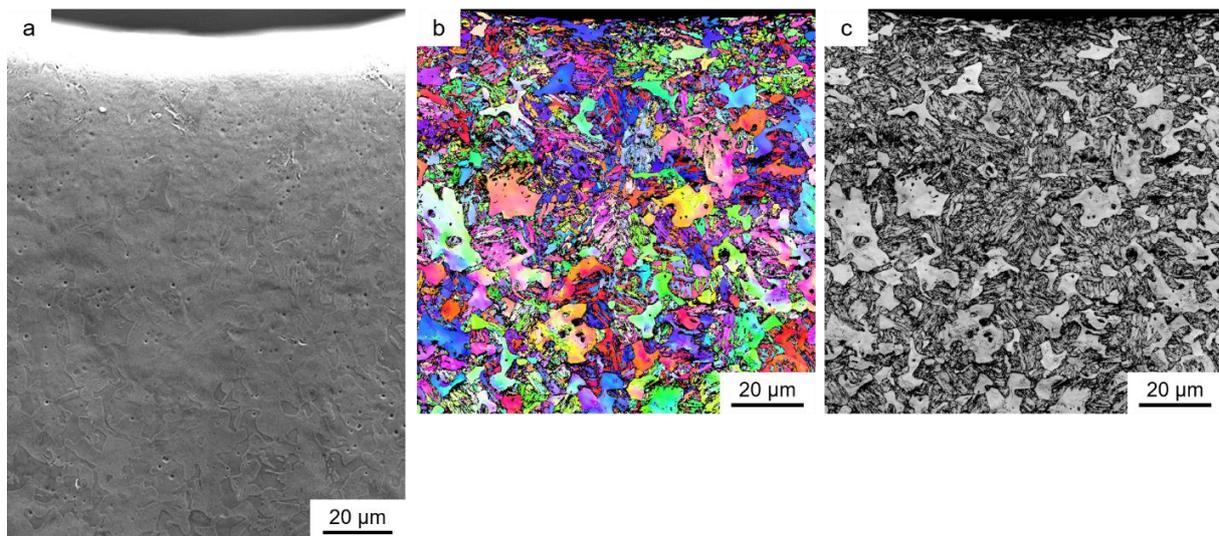


図 3-2.6.7-150 DP 鋼の(a) SEM 像、(b) EBSD 方位マップ、(c) EBSD-IQ マップ。

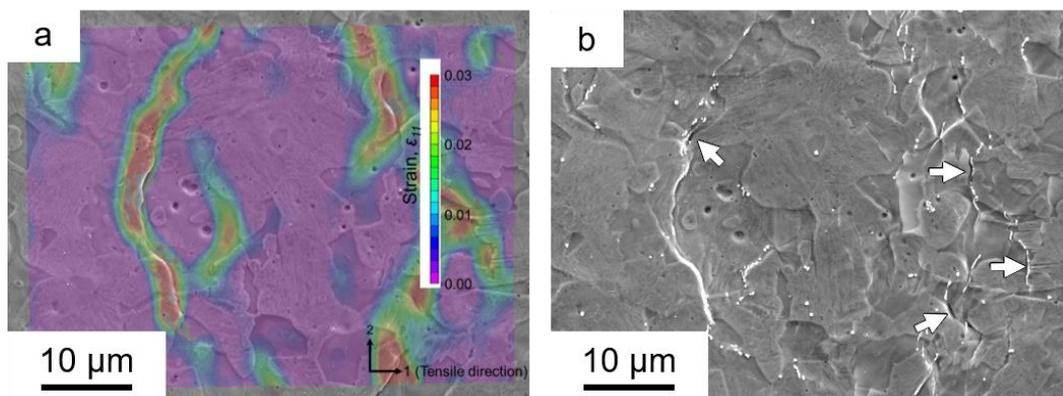


図 3-2.6.7-151 (a) 1133MPa の引張応力を付加したときの DP 鋼の局所塑性ひずみマップ、(b) 水素チャージ後の破断材の SEM 像。

【千葉分室 再委託 上智大学】

(1) 背景及び目的

塑性変形により導入される格子欠陥と水素トラップの関係解明を目的に、曲げ変形で導入される格子欠陥、特に引張側と圧縮側で形成される格子欠陥の形成挙動の比較について着目した。具体的には、トレーサー水素法により引張側と圧縮側のトレーサー水素量および放出温度から格子欠陥の形成挙動について検討した。

(2) 実験方法および結果

(2-1)実験方法

本研究では、SCM435 鋼を使用した。長さ 70 mm、幅 8 mm、厚さ 1.6 mm の曲げ試験片加工し、3 点曲げの支点間距離 35 mm の水素量測定用の試験片に加工した。試験片保管時に形成された傷や被膜を取り除くために、試験前にエメリー紙を用いて

800、1000、2000 番で機械研磨し、加工層を除去した。曲げ試験では試験片が U 字に変形するにしたがって溶液と触れる面積も変わるため、試験片表面に生じる水素の濃度を一定にすることができるポテンショスタットを用いた定電位陰極電解法を水素添加に採用した。温度 30 °C の 0.10 N NaOH 水溶液中にて電位 -1.0~-1.5 V (vs. Ag/AgCl) で 48 h の定電位陰極電解チャージを行った。

3 点曲げ試験による水素脆化感受性を評価した。水素濃度を一定に保つことを目的として、水素予添加時と同一の条件で曲げ試験中も水素添加を行った。バンドヒーターを用いて溶液の温度を 30 °C 一定に保った。その後クロスヘッドスピードを 0.1 mm/min とし、曲げ半径 10 mm で 3 点曲げ試験を実施した。水素脆化感受性評価を破壊強さで評価した。

曲げ試験後の試験片を引張側と圧縮側に分け、低温昇温脱離分析装置 (L-TDS) を用いて水素分析を行った。温度 30 °C の 0.10 N NaOH 水溶液中にて電位 -0.94 V vs. Ag/AgCl で 48 h の定電位陰極電解チャージを行った。変位 6 mm まで 3 点曲げ試験を行った。水素未添加材は 30 °C 一定に保った 0.10 N NaOH 溶液中で変位 6 mm まで 3 点曲げ試験を行った。曲げ中央部から 8 mm×5 mm の試験片を採取し、機械研磨、化学研磨することで、図 3-2.6.7-152 に示す引張側と圧縮側の試験片を作製した。30 °C の 0.10 N NaOH 水溶液中で電圧 -1.2 V (vs. Ag/AgCl) でトレーサー水素添加し、低温 TDS を用いて昇温速度 1 °C/min、温度範囲 200~200 °C で水素分析することで、引張側・圧縮側のひずみ誘起格子欠陥の種類と量の比較を行った。

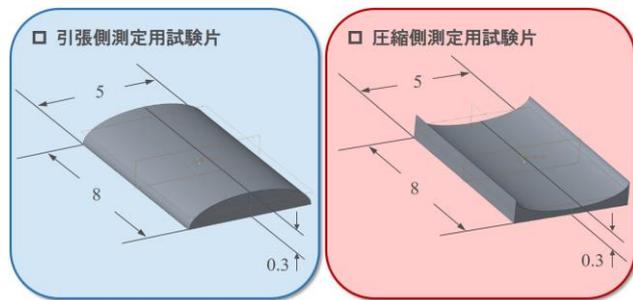


図 3-2.6.7-152 L-TDS 測定用試験片

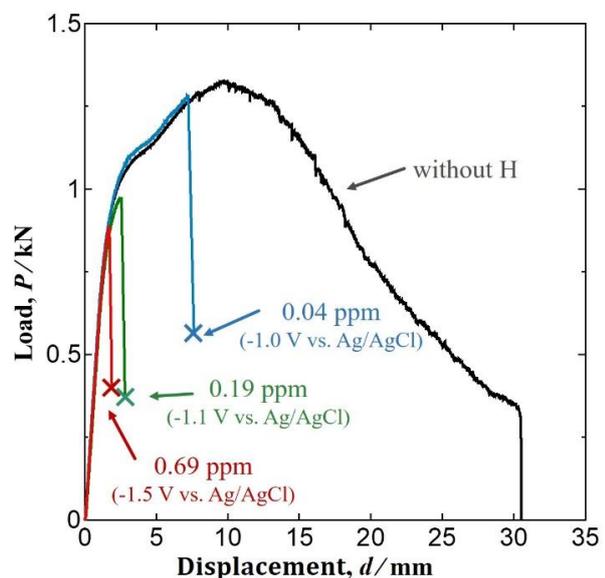


図 3-2.6.7-153 SCM435 の曲げ試験による荷重-変位曲線

(2-2) 3 点曲げ試験による水素脆化感受性評価

得られた荷重-変位曲線を図 3-2.6.7-153 に示す。0.69 ppm(高水素量)チャージ材では弾性域で破断し、0.19ppm(中水素量)、0.04 ppm(低水素量)チャージ材では耐力付近で破断する。また、破壊強さは 0.04 ppm(低水素量)チャージ材で 1.29 kN、0.19 ppm(中水素量)チャージ材で 0.97 kN、0.69 ppm(高水素量)チャージ材で 0.88 kN で

ある。水素量増加とともに破壊強さが低下する。曲げ試験においても水素量増加に従い水素脆化感受性が高まる。

(2-3)曲げの引張側・圧縮側のひずみ誘起格子欠陥の種類と量の比較

図 3-2.6.7-154 に水素未添加材の引張側材・圧縮側材と水素添加材の引張側材・圧縮側材の水素脱離スペクトルとトレーサー水素量を低温 TDS で測定した結果を示す。水素未添加材の引張側材の水素放出開始温度は 20 °C、水素放出終了温度は 140 °C、ピーク温度は 56.°C である。水素未添加材の圧縮側材の水素放出開始温度は 20 °C、水素放出終了温度は 120 °C、ピーク温度は 48 °C である。水素添加材の引張側材の水素放出開始温度は 10 °C、水素放出終了温度は 180 °C、ピーク温度は 58 °C である。水素添加材の圧縮側材の水素放出開始温度は 0 °C、水素放出終了温度は 150 °C、ピーク温度は 28 °C である。また、水素添加有りで曲げひずみ付与した引張側と圧縮側において、引張側のトレーサー水素量の方が圧縮側のそれに比べ多い。さらに、引張側のトレーサー水素放出終了温度も高い。すなわち、水素を含んで曲げひずみを付与した際、引張側での水素助長ひずみ誘起格子欠陥の形成量が圧縮側のそれより多い。

以上より、水素添加有りで曲げひずみ付与した引張側と圧縮側において、引張側のトレーサー水素量の方が圧縮側のそれに比べ多く、引張側のトレーサー水素放出終了温度も高い結果から、水素を含んで曲げひずみを付与した際、引張側での水素助長ひずみ誘起格子欠陥の形成が圧縮側より助長されることが判明した。

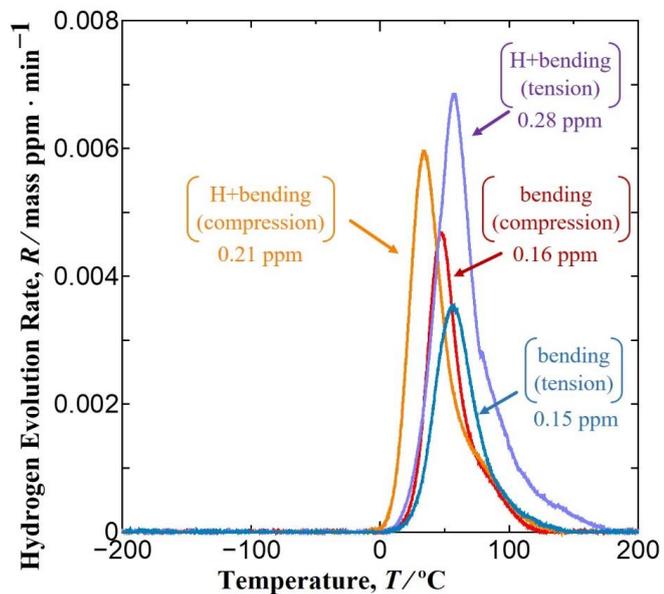


図 3-2.6.7-154 水素添加有り無しの曲げ試験後に得られたの引張・圧縮部の水素脱離スペクトルとトレーサー水素量

【千葉分室 再委託 帝京大学】

水素脆化に関わるき裂先端水素拡散挙動と疲労き裂成長速度を計算機シミュレーションにより予測する手法を構築し、遅れ破壊を含めた水素脆化敏感度に及ぼす負荷応力変動効果の解明とそれを可能にするプログラムソフトの開発を行った。研究テーマとして、解決すべき課題は以下のとおりである。

- ・き裂先端の水素拡散挙動とき裂成長の解析的検討
- ・水素凝集と水素脆化割れ挙動解明
- ・遅れ破壊を含めた水素脆化敏感度に及ぼす負荷応力変動度効果の解明

以下に得られた結果を示す。

(1) α 法による疲労き裂成長シミュレーション解析の基礎式、解析モデルおよびき裂成長のクライテリオン

解析に用いた基礎式を式 (2-4-1) に示す[1-5]。 α_i ($i=1\sim 3$)は α 法の各係数であり、各項のオーダー評価により、右辺第 2 項の応力誘起項が第 1 項の拡散項と等価になるように定めている。

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \alpha_1 D \nabla^2 C - \frac{\alpha_2 D}{RT} \Delta V \nabla C \cdot \nabla \sigma_p - \frac{\alpha_3 D}{RT} \Delta V C \nabla^2 \sigma_p \quad (2-4-1)$$

本解析では、経験的に求められている比率に従って、 $\alpha_1 = 0.1, \alpha_2 = 5.0, \alpha_3 = 2.0$ とした。有限差分は、クランク・ニコルソン法を用いて離散化し、非零成分のみを記憶させて、SOR 法にて不足緩和法により解析している[2,3]。また、濃度の一次微分項による振動解を回避するために、式 (2-4-2)

$$\frac{\Delta t}{\Delta r^2} < 0.3 \sim 0.4 \quad (2-4-2)$$

を満たすように時間と位置の分割を行った[2]。これらの工夫により、高精度かつ安定した数値解が得られている[1-5]。解析領域を図 3-2.6.7-155 に示す。FEM-FDM 法[3,5]では、応力解析を行った有限要素法による解析領域は、広範囲に解析しており、拡散解析は切欠き近傍の局所領域を計算領域としている。図 3-2.6.7-155(a),(b)に示す各計算領域を示す。シミュレーション解析のフローチャートを図 3-2.6.7-156 に示す。

塑性変形の歪履歴性を考慮して、応力負荷過程において、塑性変形が一度に進まないように、負荷応力を微小時間ステップで増加させる。各応力段階にて、静水圧応力を計算し、これを差分格子点に補間し、水素拡散解析を行う。静水圧応力は、隣接 4 要素の平均値をその重心位置の値とし、この点での応力を隣接する差分格子点に補間した[3,5]。この方法によれば、有限要素解析で得られる応力の数値誤差的な変動が抑えられ、滑らかな応力分布が得られる。 $\nabla \sigma_p$ なる応力勾配が水素駆動力となるので、応力の絶対値の近似度ではなく、勾配の近似度が要求されることからこの平滑化は重要である。本手法の概要を図 3-2.6.7-157 に示す。

また、有限要素法による応力解析では、き裂先端の隣接要素の歪エネルギーが、ある限界値に達した時に、き裂先端の節点を解放するという手法で疲労き裂を成長させた[1]。この限界条件を式 (2-4-3) に示す。限界条件は水素濃度の関数となっており、水素濃度が増加すると限界歪エネルギーが減少するようにしている。限界条件を満たす節点は、すべて解放している。節点解放は、解放する節点に作用している反力に逆反力を増分的に負荷し、節点に作用している反力を完全に除荷した後、解放した。逆反力の負荷増分数はほぼ 100 段階である[6]。本解析手法の概要図を図 3-2.6.7-158 に示す。クライテリオンに用いた水素濃度は、解析で得られる最大水素濃度、 C_{max} を用いた。また、水素は腐食性環境により算出される水素の拡散を想定して、き裂先端に外部より負荷応力に対応して流入するとした。

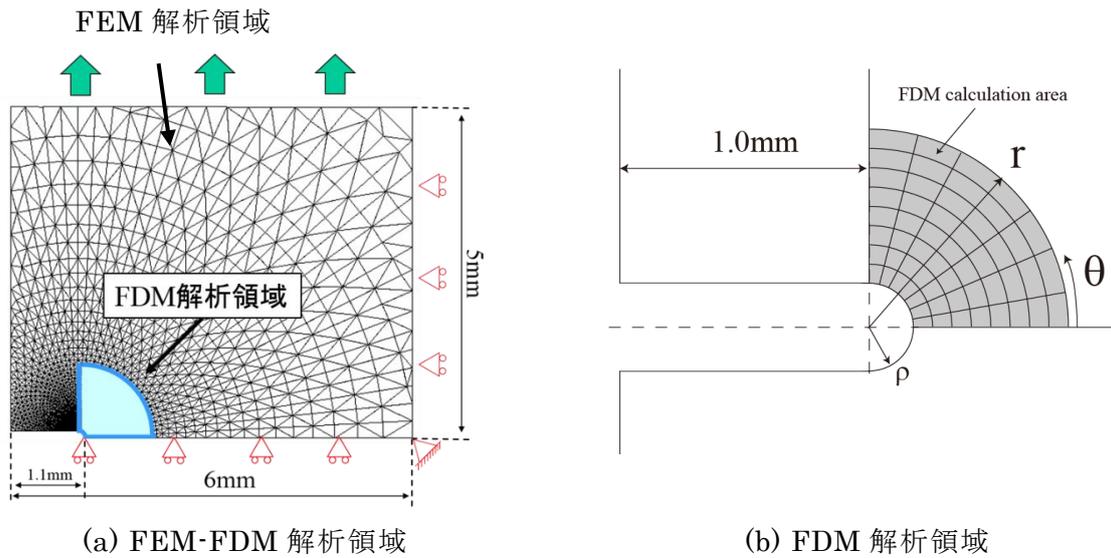
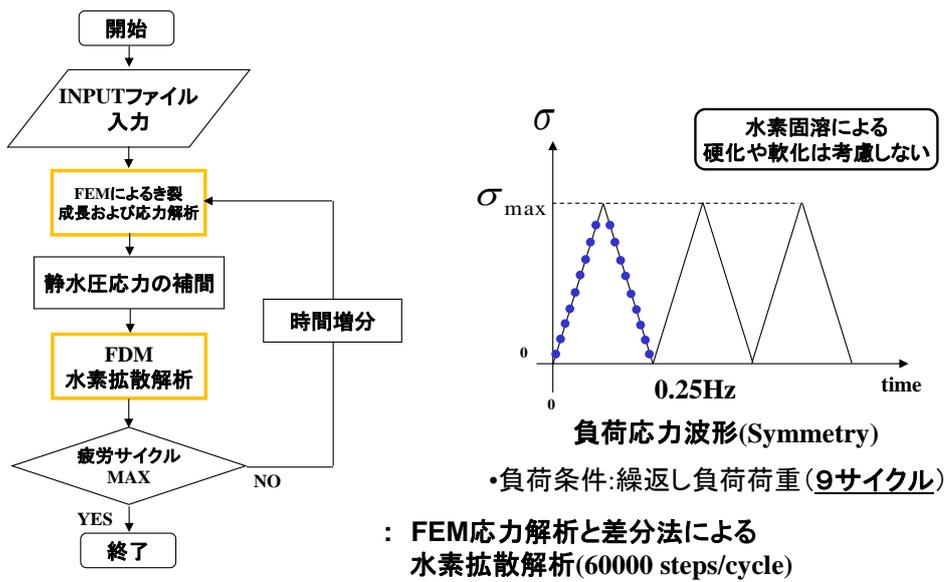


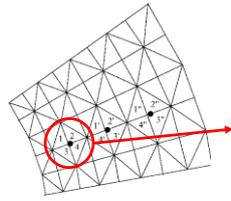
図 3-2.6.7-155 FEM-FEM および FEM-FDM 計算領域



* A. T. Yokobori, Jr., T. Uesugi, M. Sendoh and M. Shibata, Strength, Fracture and Complexity, 1 (2003) 187-204.

** T. Ohmi, A. T. Yokobori, Jr., K. Takei, Proc. of ICF12, (2009) Ottawa in the content of CD rom of hydrogen embrittlement.

図 3-2.6.7-156 水素環境下での疲労き裂成長シミュレーション解析フローチャート
この図では、例として 9cycle 負荷の場合の水素拡散ステップ数を示している。

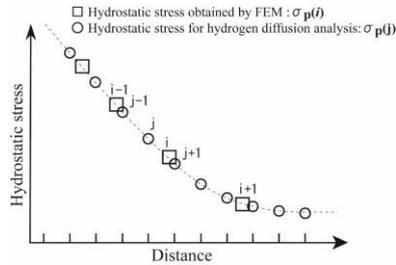


重心位置

$$r_g = \frac{\sum_i S_i r_i}{\sum_j S_j} \quad \theta_g = \frac{\sum_i S_i \theta_i}{\sum_j S_j}$$

静水圧応力

$$\sigma_{p_g} = \frac{\sum_i S_i \sigma_{p_i}}{\sum_j S_j}$$



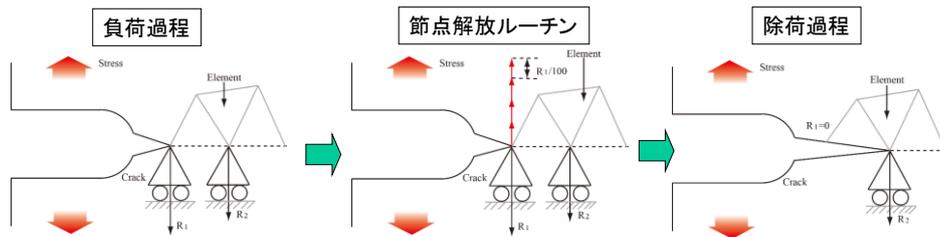
差分格子点への補間式
(2次精度の中心差分)

$$\sigma_{p_j} = \frac{(r_j - r_{i-1})\sigma_{p_i} + (r_i - r_j)\sigma_{p_{i-1}}}{r_i - r_{i-1}}$$

$$\nabla \sigma_{p_i} = \frac{\sigma_{p_{i+1}} - \sigma_{p_{i-1}}}{2\Delta r^+}$$

$$\nabla^2 \sigma_{p_i} = \frac{\nabla \sigma_{p_{i+1}} - \nabla \sigma_{p_{i-1}}}{2\Delta r^+}$$

図 3-2.6.7-157 有限要素法で得られる静水圧応力の平滑化とその差分格子点への補間法の概要

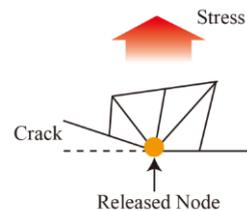


反力を持つき裂先端の拘束節点に、逆反力を段階的に加えることによって節点を解放

解放条件: ひずみエネルギー密度

$$W^P \geq W_H^P \quad W_H^P = \frac{W_c^P}{(C_{\max}/C_0)^{n_H}}$$

W^P : 解放節点のひずみエネルギー密度
 W_H^P : 最大水素濃度を考慮したき裂成長クライテリオン



W^P は解放節点周辺隣接要素のひずみエネルギー密度を平均化したもの

図 3-2.6.7-158 水素脆化の影響を考慮に入れた疲労き裂節点解放手法の概要図

$$W_H^P = \frac{W_c^P}{(C_{\max}/C_0)^{n_H}} \quad (2-4-3a)$$

$$W^P \geq W_H^P \quad (2-4-3b)$$

(2) 疲労き裂先端近傍の水素凝集挙動

疲労き裂先端近傍における 2cycle 目のき裂延長方向の静水圧応力分布、水素濃度分布を図 3-2.6.7-159 および図 3-2.6.7-160 に示す。これらの結果から、水素濃度は静水圧応力場の極大値あるいは、その近傍の変曲点で極大値 ($C_{\max}=12.8$) をとり、応力勾

配の変化で増減し、時間とともに変化する遷移解の状態では、静水圧応力場と同じ分布にはなっていないことがわかる。

また、本研究で提案している α 法を用いずに、拡散方程式の各項の重みをすべて同じ値にして解析した結果を図 3-2.6.7-161（荷重サイクル：1cycle）に示す。応力勾配項に重みが付加されていない場合は、水素濃度分布は水素が流入するき裂先端近傍で高い濃度($C_{max}=2.9$)となり、応力分布に影響されず、き裂先端から離れるに従い一様に減少し、 α 法により得られた図 3-2.6.7-160 とは、異なる結果となり、応力の影響は発現しなかった。また、この時のき裂先端の水素濃度は、 α 法により解析した 1cycle での切欠き先端での水素濃度($C=2.4$)とほぼ同じであるが、 α 法により解析した場合は最大水素濃度は、静水圧応力が極大値近傍において生じ、 $C_{max}=11.3$ となっていた。以上のことから、 α 法により、応力誘起水素拡散凝集挙動が再現され、静水圧応力分布の極大点及びその近傍の変曲点に高濃度の水素凝集が生じることが示された。

また、拡散方程式のオーダーリング評価を行うと、第 2 項を 50 倍程度増幅させることにより、第 1 項と同程度のオーダーとなった。本解析で取り扱った材料は 1500MPa 級の高強度鋼であることから、第 2 項の応力勾配項の寄与が考えられることから、 α 法は水素の応力誘起拡散挙動を再現するために必須であることが示された。

図 3-2.6.7-159 および図 3-2.6.7-160 に示される α 法による解析において、水素拡散の流束 J 、(flux)を求めた結果を図 3-2.6.7-162 に示す。本結果から、 α 法による解析では、水素はき裂先端から流入して、き裂先端延長方向の水素高濃度領域に凝集していくことが検証された。

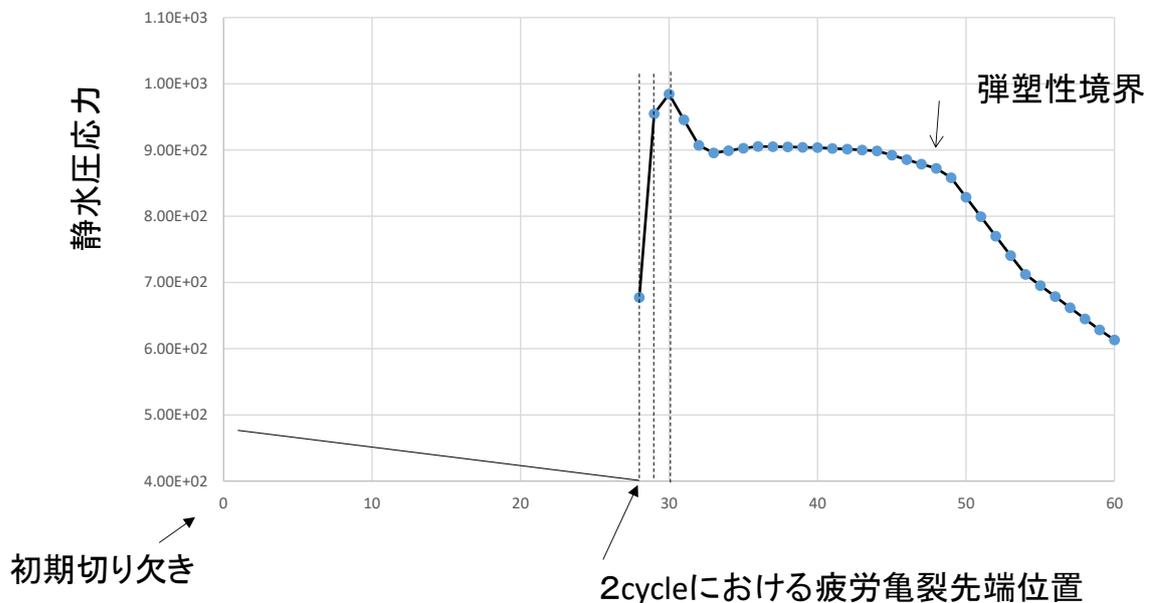


図 3-2.6.7-159 疲労き裂先端近傍におけるき裂延長方向の静水圧応力分布(MPa)

(0.025Hz、疲労き裂成長長さ：0.385mm、荷重サイクル：2cycle、節点解放数：27、横軸は距離に対応する差分格子点番号である。)

0.025Hz 疲労亀裂長さ: 0.385mm 2cycle 27
 節点解放 $\alpha_1 : \alpha_2 : \alpha_3 = 0.1 : 5.0 : 2.0$

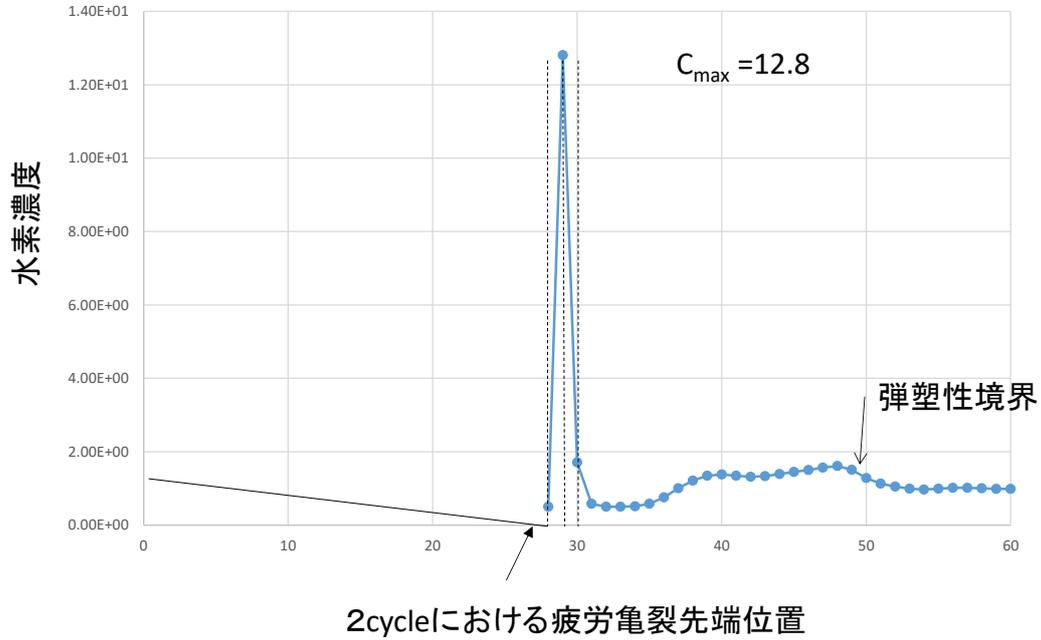


図 3-2.6.7-160 疲労き裂先端近傍におけるき裂延長方向の水素濃度分布（0.025Hz、疲労き裂成長長さ：0.385mm、荷重サイクル：2cycle、節点解放数 27、横軸は距離に対応する差分格子点番号である。）

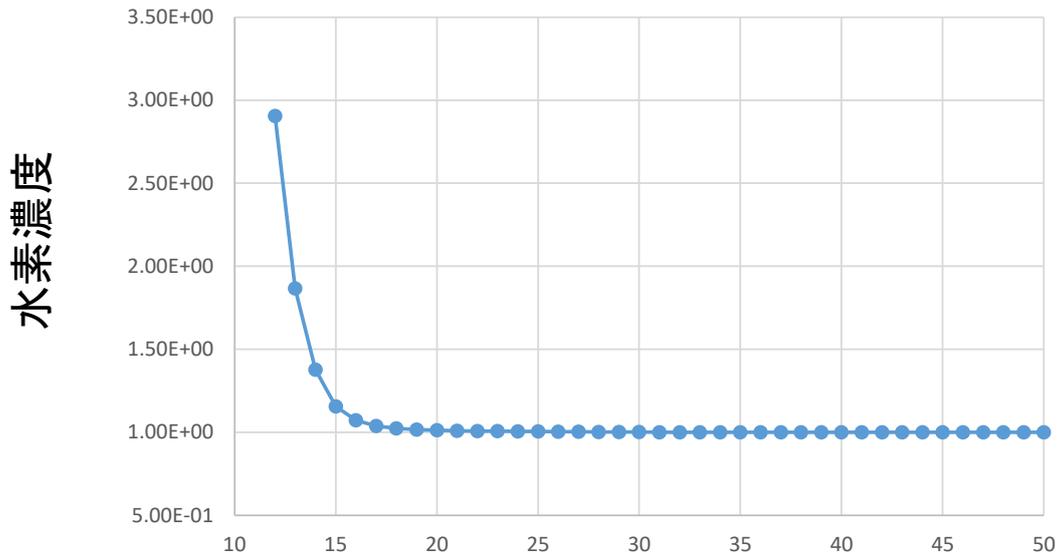


図 3-2.6.7-161 α 法を用いずに、拡散方程式の各項の重みをすべて同じ値にして解析した場合のき裂先端延長方向の水素濃度分布、横軸は距離に対応する差分格子点番号である。

$$\alpha_1 : \alpha_2 : \alpha_3 = 0.1 : 5.0 : 2.0$$

2cycle 0.025Hz Flux

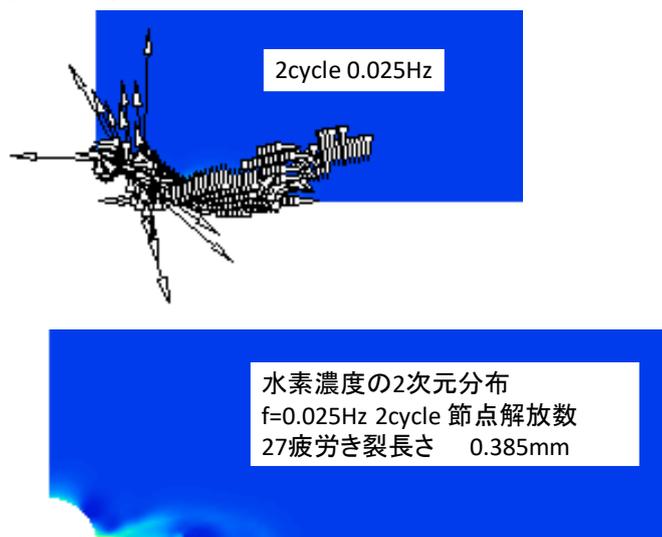


図 3-2.6.7-162 α 法を用いた場合の水素拡散流束 $J(\text{flux})$ の解析結果、白印が流束方向
静水圧応力極大値近傍に水素が凝集して行くことがわかる。

(3)本シミュレーションにより得られた大気中と水素環境下での疲労き裂成長曲線と実験結果との比較

本解析で得られた水素環境下と大気中の疲労き裂成長曲線を図 3-2.6.7-163 に示す。き裂成長曲線は、大気中に比べて水素環境下では加速し、かつ、繰返し速度が遅くなるほどき裂成長の加速がみられており、実験特性とも定性的に一致する結果となっている。

さらに、それぞれの疲労き裂成長曲線を詳細に示した結果を図 3-2.6.7-164 に示す。本結果から、大気中では、若干、下に凸の曲線となり、0.25Hz では、初期に上に凸の曲線となる。さらに繰返し速度が低下して 0.025Hz では、遅れ破壊のき裂成長曲線に見られる直線的な成長特性（疲労き裂成長速度の等速度性）となり、0.0025Hz になるとまた、下に凸の曲線となった。

図 3-2.6.7-165 に低合金 Cr-Mo 鋼(SCM4 種)を用いた 3.5%NaCl 水溶液中での腐食疲労き裂成長曲線を示す[7,8]。本材料は、1000MPa 級の高強度鋼であることから、腐食環境誘起水素脆化の影響が発現していると考えられる。

図 3-2.6.7-164 に示す、0.25Hz ((b)図) と 0.025Hz ((c) 図) のシミュレーションによる疲労き裂成長曲線とその繰返し速度に近い条件の図 3-2.6.7-165 に 0.11Hz ((a) 図) および 0.05Hz ((b)図) の実験による疲労き裂成長曲線は、初期の加速状況や直線的な疲労き裂の成長挙動など定性的に一致した傾向を示している。

以上のことから、本解析で得られる水素環境下での疲労き裂成長曲線は、実験特性を初期を含めて良く再現していることがわかる。

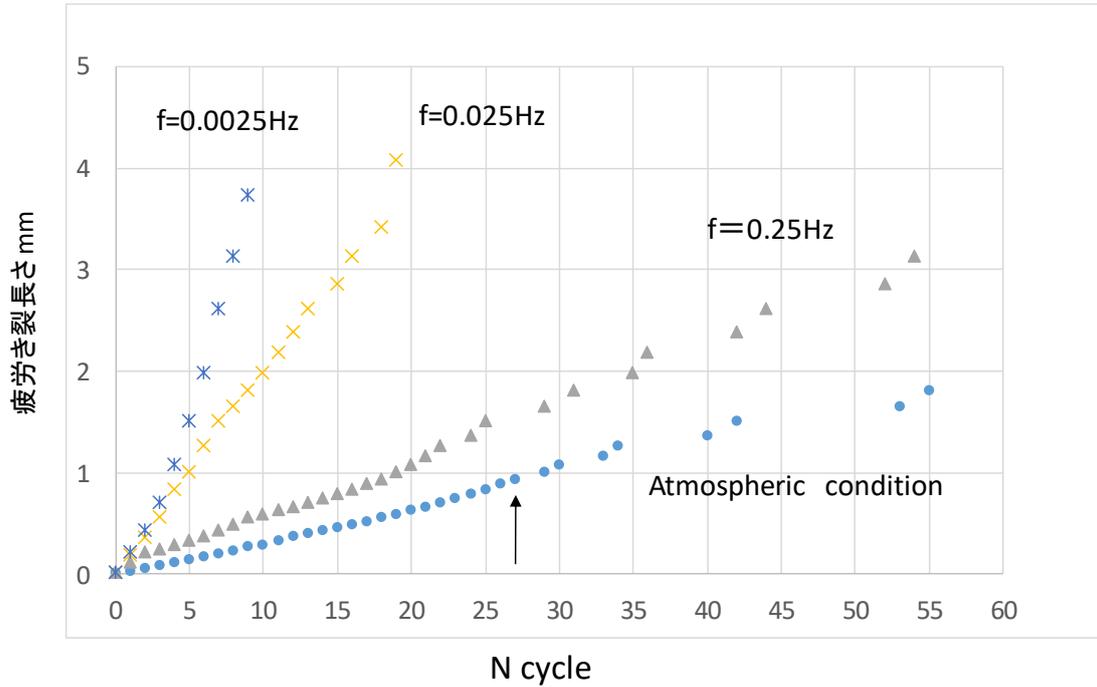


図 3-2.6.7-163 本解析で得られた水素環境下と大気中の疲労き裂成長曲線

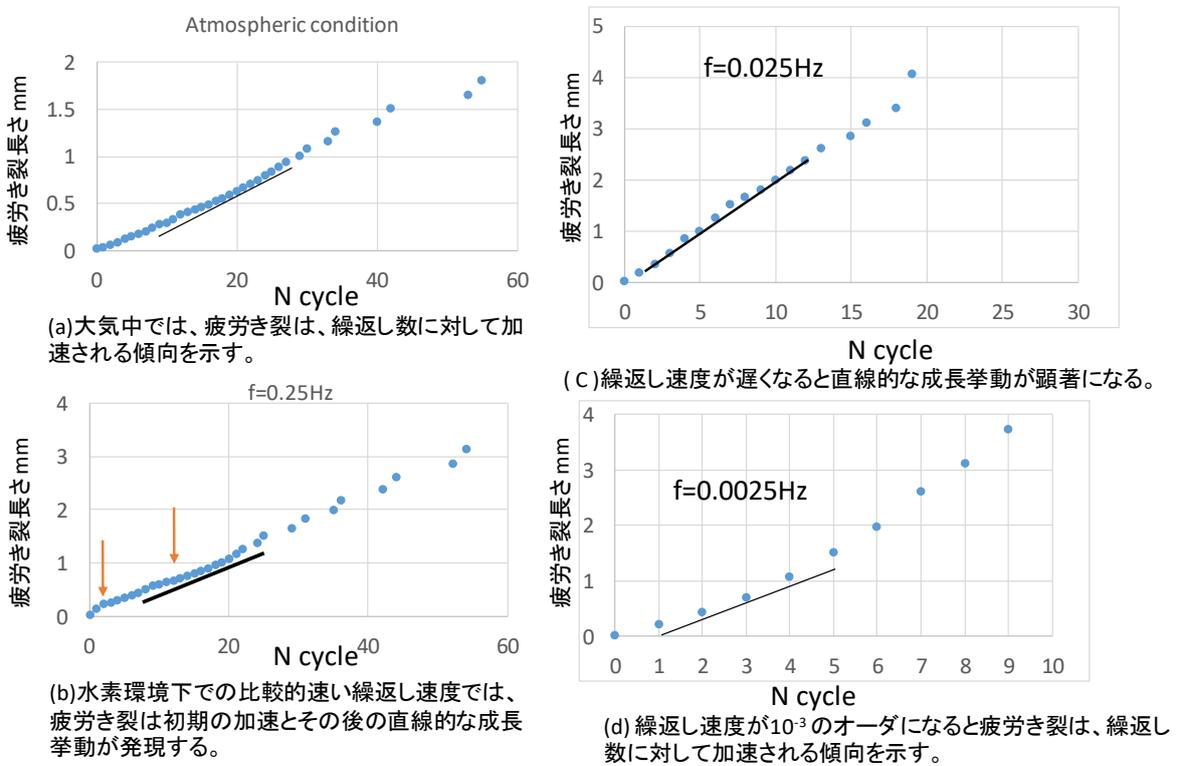
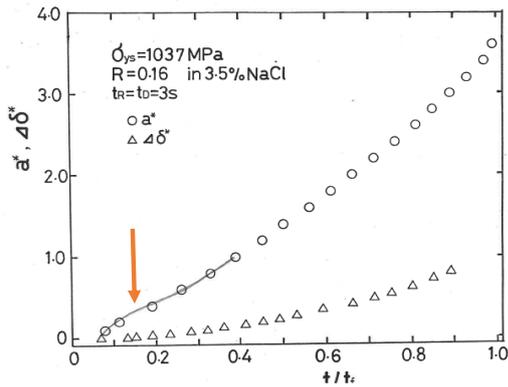
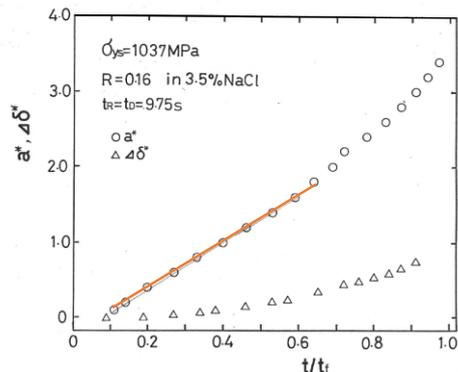


図 3-2.6.7-164 それぞれの負荷応力繰返し速度における疲労き裂成長曲線



(a) 繰り返し速度が速い時亀裂成長曲線の初期に加速領域を有し、その後も加速する傾向を示す。(0.11Hz)



(b) 繰り返し速度が遅くなるとき裂の直線的な成長挙動(等速度特性)が顕著になる。(0.05Hz)

図 3-2.6.7-165 低合金 Cr-Mo 鋼(SCM4 種)を用いた 3.5%NaCl 水溶液中での腐食疲労き裂成長曲線[7]。1000MPa 級の高強度鋼であることから、腐食環境誘起水素脆化の影響が発現している。図 3-2.6.7-165(a)および(b)の結果は、図 3-2.6.7-164 の(b)図および(c)のき裂成長曲線とそれぞれ、定性的に一致している。

(4)大気中および種々の応力繰り返し速度における水素環境下での疲労き裂成長速度のシミュレーション解析結果と実験特性との比較

大気中での 1500MPa 級高強度鋼 SCM435 鋼の実験より得られた疲労き裂成長速度とシミュレーション解析で得られた疲労き裂成長速度を比較した結果を図 3-2.6.7-166 に示す。シミュレーションでは 60 サイクルで 2mm 程度き裂が成長するような節点解放条件を疲労き裂成長のクライテリオンとしているので、き裂成長速度は実験結果より、約 2 オーダ速くなるが、応力拡大係数のべき乗の指数は、両者でほぼ一致している (2.52 と 2.39)。

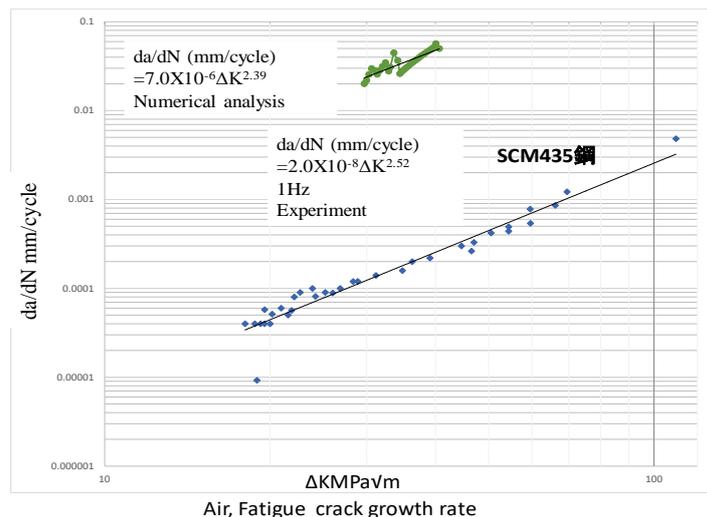


図 3-2.6.7-166 大気中での 1500MPa 級高強度鋼 SCM435 鋼の疲労き裂成長速度とシミュレーションで得られた疲労き裂成長速度との比較。シミュレーションでは 60 サイクルで 2mm 程度き裂が成長する節点解放条件としているので、き裂成長速度は実験結果より、約 2 オーダ速いが、応力拡大係数のべき乗の指数は、両者でほぼ一致する。

本シミュレーションにより得られた、種々の応力繰り返し速度での水素環境下での疲労き裂成長速度と応力拡大係数幅値 ΔK との関係を図 3-2.6.7-167 に示す。本結果から、繰り返し速度が速い時は、大気中の疲労き裂成長速度特性に平行に若干加速される傾向を示すが(図中、 $f=0.25\text{Hz}$)、繰り返し速度が低下するにつれて、初期に疲労き裂が加速され、その後、減少する特性となる(図中、 $f=0.1,0.05\text{Hz}$)。さらに繰り返し速度が低下すると、疲労き裂成長速度が ΔK に依存しない、遅れ破壊に見られるプラトー特性が発現する。(図中 $f=0.025\text{Hz}$)。さらに f が低下すると、大気中に平行かつ大きく加速される特性に遷移することがわかる (図中、 $f \leq 0.005\text{Hz}$)。

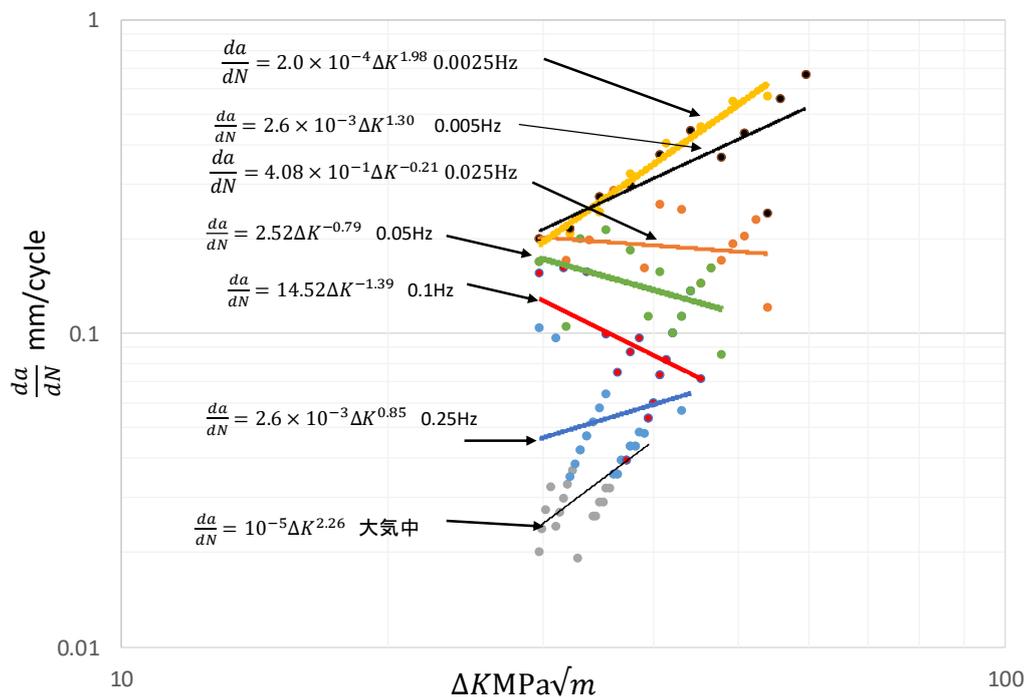


図 3-2.6.7-167 本シミュレーション解析により得られた種々の繰り返し速度における疲労き裂成長速度と応力拡大係数幅値との関係

(5) 実験結果と本シミュレーション解析との比較と考察

本材料(高強度鋼 SCN435 鋼)で、3.5%NaCl 水溶液中での腐食疲労条件と一定応力負荷の下で水素チャージした試験片を用いて、疲労試験を行った実験結果を図 3-2.6.7-168 に示す。

腐食疲労き裂成長速度は、大気中に比べて 5 倍程度、加速している。この時の応力拡大係数のべき乗の指数は 1.0 である。それに対して、水素チャージ条件は、疲労き裂成長速度は、大気中に比べて、30 倍程度、加速されており、かつ、大気中のき裂成長速度の応力拡大係数のべき乗の指数 (2.27) に比べて大きい指数 (3.87) になっている。以上のことから、疲労き裂成長速度の加速の状況と ΔK のべき乗の指数との関係から、水素チャージ条件での疲労き裂成長速度は、水素ガス圧下でのき裂成長挙動に対応していると考えられる。本シミュレーション解析の水素環境は、腐食溶解反応

により、外部から水素が流入してくる条件での解析であることから、腐食環境での高強度鋼の疲労き裂成長の実験特性との比較が合理的である。

また、図 3-2.6.7-167 から、本実験の応力繰り返し速度と同じ条件である、 $f=0.25\text{Hz}$ でのシミュレーションにより得られる水素環境下での疲労き裂成長速度と、 ΔK との関係は、式 (2-4-4) で与えられ、べき乗の指数は 0.85 であった。この値は、式 (2-4-5) の実験結果(1.0)とほぼ同じ値をとることがわかる。

以上のことから、本シミュレーションにより得られる 0.25Hz における水素環境下での疲労き裂成長速度と ΔK の関係は、大気中での結果と同じく、腐食環境誘起水素脆化の影響下での同じ繰り返し速度での実験による疲労き裂成長速度から 2 オーダの定数倍ほど速い速度として、予測できることが示された。

$$\frac{da}{dN} = 2.6 \times 10^{-3} \Delta K^{0.85} \quad (2-4-4)$$

$$\frac{da}{dN} = 2.0 \times 10^{-5} \Delta K^{1.0} \quad (2-4-5)$$

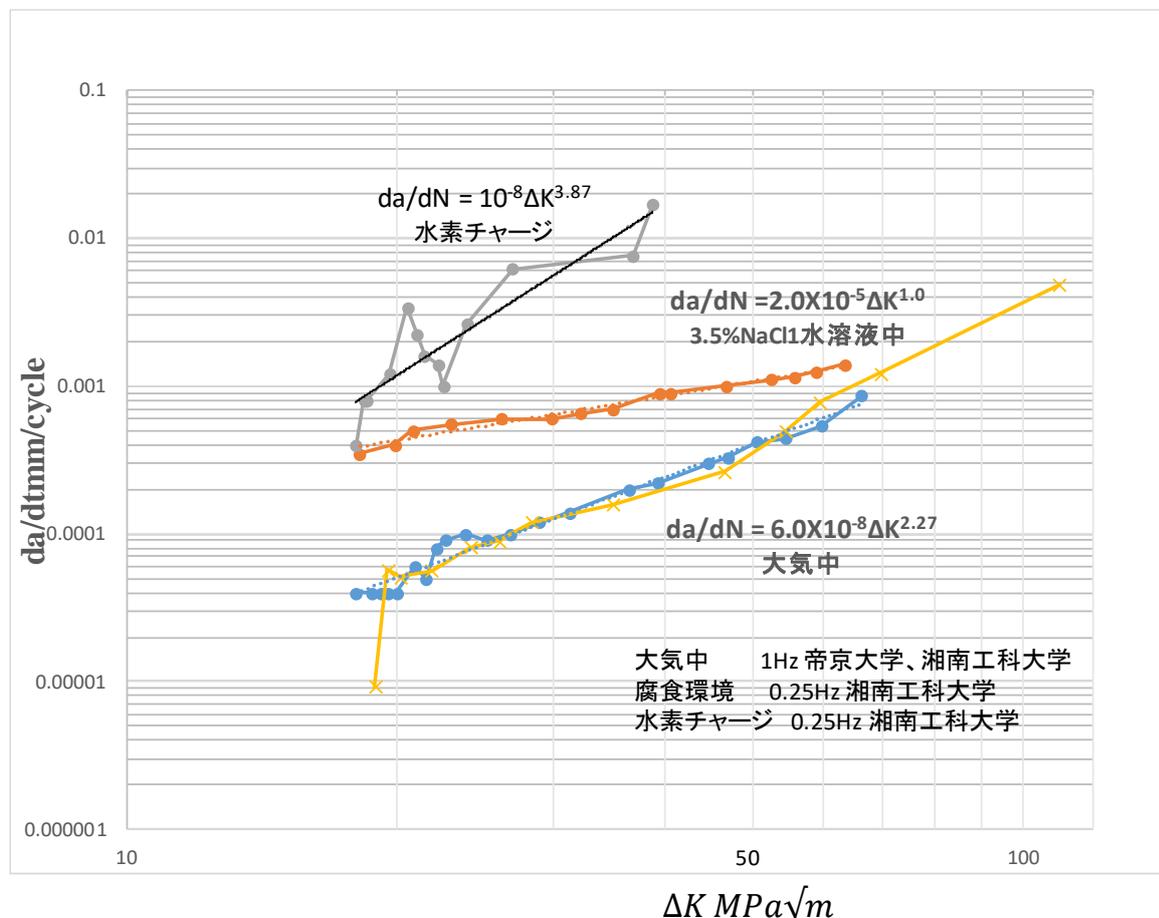


図 3-2.6.7-168 実験による 1500MPa 級高強度鋼の大気中、3.5%NaCl 水溶液中および一定応力負荷による水素チャージ条件での疲労き裂成長速度と ΔK との関係

次に、本シミュレーション解析により得られる各応力繰返し速度における疲労き裂成長速度と繰返し速度との関係を求めたものを図 3-2.6.7-169 に示す。疲労き裂成長速度は、本シミュレーション解析で計算されている、 $30\text{MPa}\sqrt{\text{m}} \leq \Delta K \leq 59\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ の範囲での疲労き裂成長速度の平均値、 $\left(\frac{da}{dN}\right)_{mean}$ として式(2-4-6)により計算した結果である。本シミュレーションにより得られた疲労き裂成長速度と応力繰返し速度との関係は式(7)で表された。

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{mean} = \frac{\left(\frac{da}{dN}\right)_{\Delta K_1} + \left(\frac{da}{dN}\right)_{\Delta K_2}}{2} \quad (2-4-6)$$

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{mean} = 3.16 \times 10^{-2} f^{-0.481} \quad (2-4-7)$$

式 (2-4-7) は、実験で得られた、式 (2-4-8) に示す 1000MPa 級高強度鋼である低合金 Cr-Mo 鋼 (SCM 4 種) の 3.5%NaCl 水溶液で腐食疲労き裂成長速度の f のべき乗の指数(-0.508) [7]とほぼ一致し、大気中および 2.5Hz の結果と同じく、疲労き裂成長速度を 2 オーダの定数倍ほど速い速度として、予測できることが示された。

$$\frac{da}{dN} = 3.52 \times 10^{-4} f^{-0.508} \quad (2-4-8)$$

本シミュレーション解析で得られる疲労き裂成長長さが 3mm 時を破壊寿命、 N_f として、その逆数と繰返し速度との関係を図 3-2.6.7-170 に示す。本結果から、き裂成長寿命の応力繰返し速度(f)特性における f のべき乗の指数は、-0.531 であり、ほぼ、疲労き裂成長速度の応力繰返し速度(f)特性と一致していることがわかる。したがって、図 3-2.6.7-169 に示す疲労き裂成長速度は、き裂成長寿命を反映する値であることがわかる。

また、図 3-2.6.7-169 に示す疲労き裂成長速度の応力繰返し速度 (f)特性、および図 3-2.6.7-170 の疲労き裂成長寿命の逆数の応力繰返し速度(f) 特性とも、 $f=0.01\text{Hz}$ 以下で両者の値とも飽和する傾向を示し、応力繰返し速度 f 依存性が低下する傾向を示している。

そこで、本材料のヤング率、疲労負荷最大応力および応力繰返し速度(f)から、繰返し速度をひずみ速度に換算し、図中に示す大村らの SSRT 試験のひずみ速度範囲を図 3-2.6.7-169 の横軸に示した。本結果から、応力繰返し速度 f にあまり依存しない SSRT 条件としては、ひずみ速度 $\dot{\epsilon} \leq 10^{-5}/\text{s}$ であることが予測される。今後、SSRT 試験を実施する際に、この値の妥当性について検証することの工学的意義は大きいと考えられる。

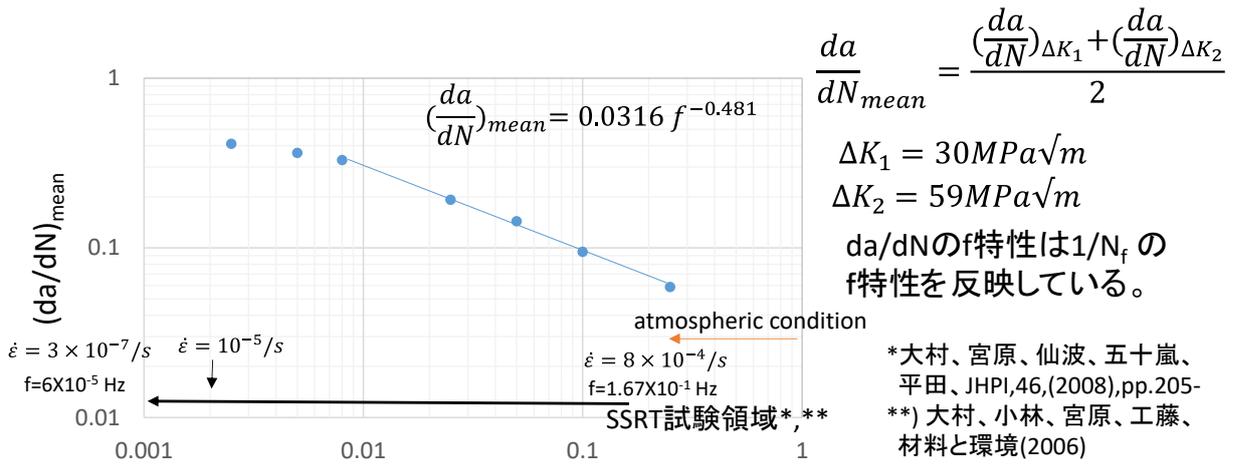


図 3-2.6.7-169 本シミュレーション解析による $(da/dN)_{mean}$ と 繰返し速度 f との関係

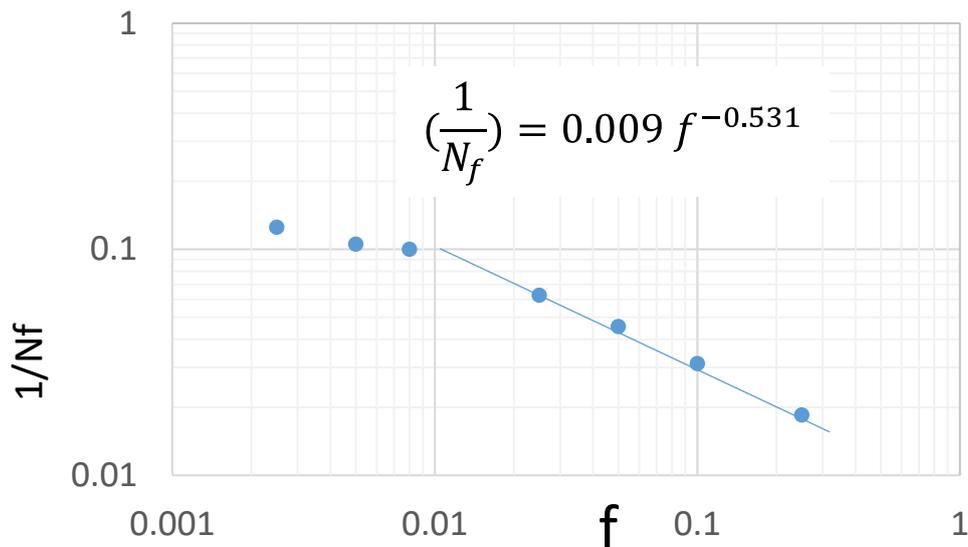


図 3-2.6.7-170 破壊寿命（疲労き裂成長長さが 3mm 時の N ）の逆数、 $1/N_f$ と繰返し速度、 f との関係

(2) 結論

開発した水素環境での疲労き裂成長シミュレーション解析手法とプログラムにより、以下の結論が得られた。

- (1) 疲労条件下でのき裂先端近傍に凝集する水素濃度は、静水圧応力最大値に極大値を有し、繰返し速度が遅くなるほど水素凝集濃度は高くなる。SSRT 試験の条件まで解析を行っており、SSRT 試験を含めた遅れ破壊実験で得られる水素脆化試験は水素脆化敏感性の上限値を与えることが示唆された。

- (2) 本シミュレーションによる疲労き裂成長速度の繰返し速度特性 (f 特性) の解析結果は、実験特性をかなり、正確に予測し得ることが示された。したがって、任意の繰返し速度での疲労き裂成長速度の実験結果から、水素脆化感性の上限値となる低繰返し速度域での疲労き裂成長速度を理論的に予測出来、遅れ破壊領域での水素脆化感性を予測し得ることが示された。
- (3) 本解析により **SSRT** 試験での最適ひずみ速度範囲を予測可能であることが示された。
- (4) 本シミュレーションプログラムは、上述した実際の水素脆化に関わる問題を計算科学で実験をすることなく予測可能であることから、実装し得る技術として実用化へ向けての開発がすすめられる技術である。

参考文献

- 1) 山路教弘、横堀壽光、川島佑介、大見敏仁、日本材料強度学会誌、50, 4 ,(2017), pp. 69-74.
- 2) A.T.Yokobori,Jr., T.Nemoto,, K.Satoh, and T.Yamada, Engineering Fracture Mechanics, 55,(1996), pp.47-60.
- 3) A.T.Yokobori,Jr., T.Ohmi, T.Murakawa, T.Nemoto and T.Uesugi and R.Sugiura, Strength,fracture and Complexity, An Int. J., 7,(2011), pp.215-233.
- 4) A.Toshimitsu Yokobori,Jr., Tomoharu Uesugi,et.al., Strength, Fracture and Complexity An Int. Journal, 1 (4), (2003), 187-204.
- 5) T. Ohmi, A. T. Yokobori, Jr. and K. Takei, Defect and Diffusion Forum, Vol. 326-328 (2012), pp.626-631.
- 6) 竹内博晃、横堀壽光、細野真司、小林大輔、佐藤康二、日本金属学会誌, 71 (5), (2007), 452-457.
- 7) 横堀 (壽)、横堀 (武)、高須、機論、52,(1986)、pp.1232~1239
- 8) 横堀 (壽)、横堀 (武) ,小澄、高須、機論、53,(1987)pp.1541-1549.

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.6.7-11 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2017FY	0	0	1	0	0	0	0	1	0
2018FY	1	0	7	1	0	0	0	1	1
2019FY	3	0	15	1	0	0	0	2	1
2020FY	6	0	8	0	0	0	0	0	1
2021FY	6	0	3	0	0	0	0	0	0
2022FY	1	0	1	1	0	0	0	0	0
合計	17	0	35	3	0	0	0	4	3

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

なし

成果の公開により、評価法の普及を狙い、開発手法をデファクトスタンダード化する。

2.6.8 [テーマ番号 6 6] 鉄鋼信頼性評価技術開発 (2021 年度～2022 年度)

2.6.8.1 テーマの概要

(1) 背景と目的

近年、環境負荷や省資源対策の観点から自動車などの輸送機器の軽量化による燃費向上が必要不可欠であり、引張強度 1.5GPa を超える超高強度鋼の開発が盛んに行われている。しかし、鉄鋼材料ではその強度が高くなるほど水素脆化感受性が高くなることが知られており、引張強度 1.5GPa 以上の超高強度鋼では通常の大気環境下において鋼板中に侵入する水素によって水素脆化が生じる危険性が提唱されている。つまり、超高強度鋼を広く社会実装していくためには、水素脆性問題を克服する材料設計が非常に重要である。超高強度鋼に必要な水素脆性に関連した材料信頼性評価技術は、き裂伝ば評価技術であると言える。そのため、(i)破壊力学に基づいたき裂伝ば過程に対応する特性値によって水素脆性感受性を評価する、(ii)き裂伝ば形態といったような材料の壊れ方をしっかりと把握し、破壊特性（き裂伝ば特性）発現の起源を明らかにする、(iii)き裂伝ばとマイクロ組織の相関を明らかにする、ことができれば、マイクロ組織制御によってき裂伝ば形態を制御するなど、理論的な背景から破壊特性を向上させていくことが可能になる。そこで本研究では、水素脆性評価法の標準化および水素脆性き裂伝ばの抑制技術の確立に向けて、超高強度薄鋼板の水素脆性における材料信頼性評価技術（き裂伝ば評価技術）を構築することを目的とした。

(2) 目標値

表 3-2.6.8-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第 1 中間目標 (2015 年度末)	第 2 中間目標 (2017 年度末)	第 3 中間目標 (2020 年度末)	最終目標 (2022 年度末)
薄鋼板の破壊靱性評価技術開発 (2020～2022 年度)				超高強度薄鋼板の水素脆性に適用できる ASTM / ISO を参照した破壊特性（き裂伝ば特性）評価技術を開発し、従来技術（U 曲げ試験など）との関係を明確化する。そして、き裂伝ば特性 / 水素濃度 / 応力レベルの 3D 相関マップを作成するとともに、従来の厚鋼板用の破壊力学試験法（ASTM など）から、薄鋼板の破壊特性を予測できるモデルを構築する

<p>コンピュータ断層撮影（CT）実験によるき裂の非破壊3次元解析技術開発 (2020～2022年度)</p>				<p>き裂3次元伝ぱ形態を解析するため、簡便に実施可能なラボレベル X線 CTを用いた技術を開発する。そして、超高強度鋼の水素脆性における破壊特性の起源を解明するため、破壊特性・き裂伝ぱ3次元形態・マイクロ組織の相関を調べる。</p>
<p>マルテンサイトの新規マイクロ組織観察技術開発 (2020～2022年度)</p>				<p>超高強度鋼の基地組織であるマルテンサイトが有する複雑なマイクロ組織に対して、従来以上の空間分解能・方位分解能の解析技術や3次元解析技術などの新規組織解析技術を確立する。</p>

(3)全体計画

① 薄鋼板の破壊靱性評価技術開発

薄鋼板での水素環境下におけるき裂伝ぱ抵抗評価試験技術を開発する。そして、②のき裂伝ぱ形態との定量相関を明らかにする。具体的には以下に示す3つの項目の研究を行い、物質・材料研究機構および再委託先として九州大学と東北大学（秋山グループ）が参画した。

- ①-1「薄鋼板での破壊靱性試験技術の確立」
- ①-2「破壊靱性におよぼす板厚の影響」
- ①-3「U曲げ試験による破壊特性評価」

② コンピュータ断層撮影（CT）実験によるき裂の非破壊3次元解析技術開発

き裂伝ぱ形態を非破壊かつ3次元で解析する技術を開発するとともにそのき裂3次元伝ぱ形態とマイクロ組織の相関を明らかにする。具体的には以下に示す2つの研究を行い、物質・材料研究機構および再委託先として東北大学（古原グループ）が参画した。

- ②-1「X線 CTによるき裂3次元形態解析」
- ②-2「き裂伝ぱ形態とマイクロ組織の関係」

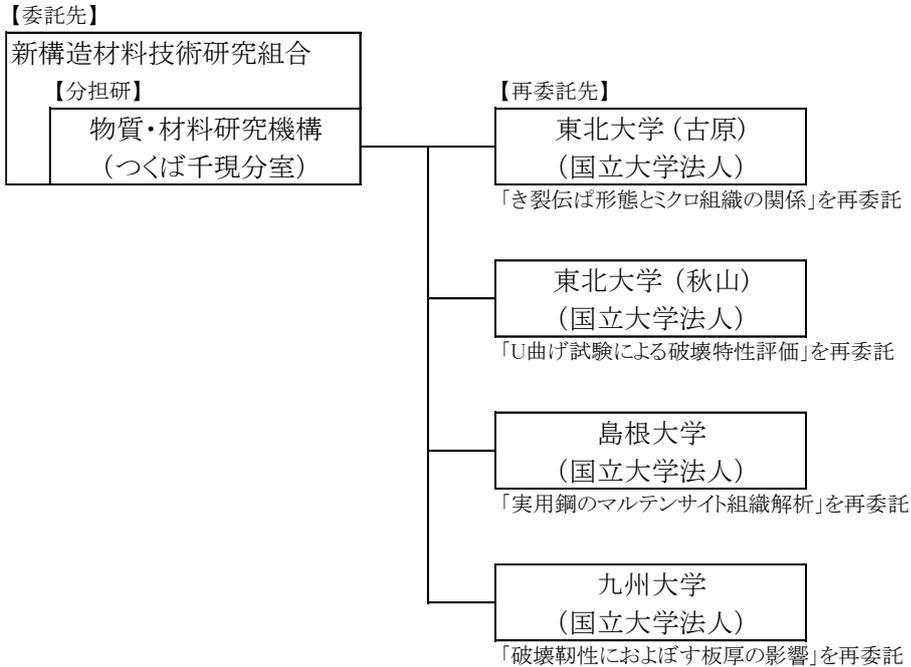
③ マルテンサイトの新規マイクロ組織観察技術開発

き裂伝ぱ抑制のための情報を得るために、超高強度鋼の基地組織であるマルテンサイトのマイクロ組織を正確に観察する新規技術を開発する。具体的には以下に示す2つの研究を行い、物質・材料研究機構および再委託先として島根大学が参画した。

③-1 「単純モデル合金のマルテンサイト組織解析」

③-2 「実用鋼のマルテンサイト組織解析」

(4)実施体制



(5)運営管理

1回/3か月の頻度で再委託先も含めた進捗会議を開催し、研究の進捗状況の確認・情報共有を行いながら研究開発を進めた。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

環境負荷や省資源対策の観点から自動車などの輸送機器の軽量化による燃費向上が必要な状況であり、引張強さ 1.5GPa 級の超高強度鋼板の開発が重要となっている。そこで、本テーマでは、水素脆性評価法の標準化および水素脆性き裂伝ばの抑制技術に向けて、超高強度薄鋼板（マルテンサイト鋼および DP 鋼）の水素脆性におけるき裂伝ば評価技術の研究開発を行った。当該研究開発による成果等は、研究発表や講演、論文投稿等により、積極的な発信を行う。

2.6.8.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.6.8-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
薄鋼板の破壊靱性 評価技術開発	<p>超高強度薄鋼板の水素脆性に適用できる ASTM / ISO を参照した破壊特性（き裂伝ば特性）評価技術を開発し、従来技術（U 曲げ試験など）との関係を明確化する。そして、き裂伝ば特性 / 水素濃度 / 応力レベルの 3D 相関マップを作成するとともに、従来の厚鋼板用の破壊力学試験法（ASTM など）から、薄鋼板の破壊特性を予測できるモデルを構築する。</p> <p>（2022 年度）</p>	<p>【薄鋼板での破壊靱性試験技術の確立】</p> <p>1.5GPa 級マルテンサイト鋼の 1.6mm 板材を対象として、ASTM E561 に準じて MT 試験片形状を検討決定した。シェブロンノッチを利用することによって、疲労予き裂の導入に成功し、大気中および水素チャージ下での破壊靱性試験技術を確立した。</p> <p>【破壊靱性におよぼす板厚の影響】</p> <p>高圧水素ガス環境中における薄板の破壊靱性試験を行うための試験治具を製作し、1.7GPa 級マルテンサイト鋼の 1.6mm 板材の試験を実施した。さらに厚さの異なる CT 試験片の破壊靱性試験を行い、大気圧中および高圧水素ガス環境中の両方で破壊靱性値に板厚依存性が存在することを明らかにした。</p> <p>【U 曲げ試験による破壊特性評価】</p> <p>DP 鋼の組織と引張特性を取得し、水素脆化特性を曲げ半径 10mm で評価した。曲げ半径 15mm で水素脆化試験を行い、焼戻しマルテンサイト鋼の結果と比較することで、DP 鋼では焼戻しマルテンサイト鋼よりもひずみや局所水素分布がき裂発生に大きな影響をおよぼしていることを明らかにした。</p>	○	

<p>コンピュータ断層撮影 (CT) 実験によるき裂の非破壊 3次元解析技術開発</p>	<p>き裂 3次元伝ば形態を解析するため、簡便に実施可能なラボレベル X線 CT を用いた技術を開発する。そして、超高強度鋼の水素脆性における破壊特性の起源を解明するため、破壊特性・き裂伝ば 3次元形態・マイクロ組織の相関を調べる。(2022 年度)</p>	<p>【X線 CT によるき裂 3次元形態解析】 マルテンサイト鋼に対して破壊靱性試験を行い、導入された粒界き裂の 3次元解析を X線 CT 実験により行った。得られたデータからき裂 3次元形態の定量化を行い、局所的なき裂開口変位量が水素濃度の増加に伴って減少することを定量的に明らかにした。</p> <p>【き裂伝ば形態とマイクロ組織の関係】 旧オーステナイト粒界において生成するマルテンサイトのバリエーションの特徴を抽出する一つの手法を構築するとともに、水素脆化したマルテンサイト鋼のき裂周囲の EBSD 測定を行い、水素脆性では旧オーステナイト粒界セグメントの方位差および母相オーステナイト時の粒界方位差がき裂伝ばに影響をおよぼすことを統計的な手法により明らかにした。</p>	<p>○</p>	
<p>マルテンサイトの新規マイクロ組織観察技術開発</p>	<p>超高強度鋼の基地組織であるマルテンサイトが有する複雑なマイクロ組織に対して、従来以上の空間分解能・方位分解能の解析技術や 3次元解析技術などの新規組織解析技術を確立する。(2022 年度)</p>	<p>【単純モデル合金のマルテンサイト組織解析】 IF 鋼および 0.2C 鋼のマルテンサイト組織に対して、SEM-ECCI 解析を行った。その組織解析結果を TEM 解析結果と比較することにより、SEM-ECCI によって最小組織単位であるマルテンサイトラスが同定できることを明らかにした。またナノディフラクション解析によって一つのラス内に 5 度程度の方位差が存在していることを明らかにした。</p> <p>【実用鋼のマルテンサイト組織解析】 マルテンサイト鋼に対して EBSD 測定を行った。得られたデータを元に組織の抽出を行い旧オーステナイト粒、パッケージ、ブロック、サブブロックを識別することに成功した。</p>	<p>○</p>	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

① 薄鋼板の破壊靱性評価技術開発

(1) 超高強度薄鋼板の破壊靱性試験法の確立

金属材料の破壊靱性試験標準として ASTM E399 規格が知られている。この規格では、コンパクト試験片 (CT 試験片) や片側切欠き付き曲げ試験片 (SEB 試験片) を対象として平面ひずみ破壊靱性 K_{Ic} を算出する方法が定められているが、これらの方法では実用の自動車用鋼板のような薄板の破壊靱性の決定は困難である。一方、ASTM E561 規格では、中央切欠き付き試験片 (MT 試験片) に代表される薄板を対象としてき裂進展抵抗曲線 (KR 曲線) を取得する方法が定められているが、き裂進展の下限界となる破壊靱性 K_c の決定方法は定められていない。このように、現状では、薄板の破壊靱性を測定するための方法は確立されていない。そこで、本研究では、E561 規格に定められた MT 試験片に対する実験方法と、E399 規格に記載された K_{Ic} の決定方法を組み合わせることにより、大気中および高圧水素ガス環境中における超高強度薄鋼板の破壊靱性試験法を確立することを目的とした。新たな試験方法を実現するために、①疲労予き裂導入方法、②試験治具開発、③水素ガス中における高精度なき裂開口変位の測定、の 3 点の技術課題に取り組んだ。①については、有限要素法解析による試験片保持方法の最適化、および、切欠き先端部へのシェブロン切欠きの導入などの対策を講じることで切欠きの両側にほぼ均等に予き裂を導入する方法を確立した。②に関する具体的な課題として、高圧水素ガス環境中での試験治具の強度の確保、治具のコンパクト化、試験片のアライメント確保が挙げられる。これらの要求を満たす治具 (鉄基耐熱合金 SUH660 製) を設計、作製した。治具上部のピン穴にブッシュを設け、このブッシュを調整することで、試験片のアライメントを調整できる機構とした。また、治具下部にはユニバーサルジョイントを設け、引張荷重を与えることで試験片のアライメントが自動的に調整される機構とした。③については、CT 試験片に比べて高い剛性を有する MT 試験片において、き裂開口変位を従来品の約 2 倍の分解能で測定可能な変位計 (クリップゲージ) を開発した。

(2) 超高強度薄鋼板の破壊靱性評価

供試材には、低合金鋼 JIS-SCM440 を用いた。室温・大気中で取得した機械的性質は、降伏応力 σ_Y が 1470 MPa、引張強さ σ_B が 1720 MPa であった。図 3-2.6.8-1(a) に、室温・大気中で実施した破壊靱性試験で取得した荷重 P と

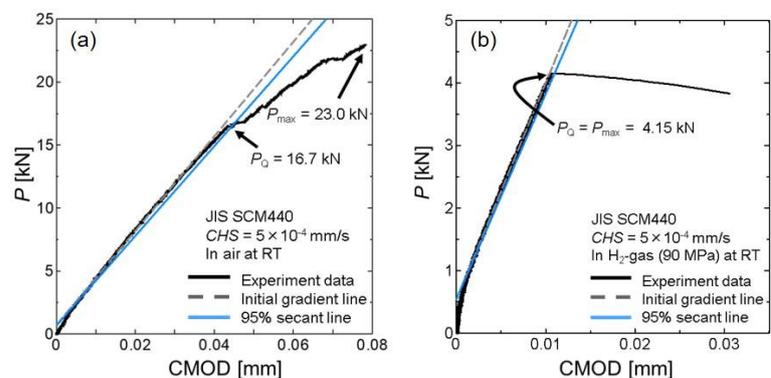


図 3-2.6.8-1 荷重変位曲線 ; (a) 大気中、(b) 90MPa 水素ガス中。

き裂開口変位 $CMOD$ の関係 ($P-CMOD$ 線図) を示す。大気中の破壊靱性は平均で $53.6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ であった。なお、き裂発生荷重 P_Q の決定には、ASTM E399 規格を参照して 95%セカント法を用いた。試験片の中央部では平坦破壊 (Flat fracture) が、外縁部では斜め破壊 (Slant fracture) が生じていたため、大気中の破壊靱性は、平坦破壊と斜め破壊に対する破壊抵抗の総和として決まったものと考えられる。平坦破壊部では、一部でディンプル破面が観察されたものの粒界破面が支配的であったのに対し、斜め破壊部では、ディンプル破面のみが確認された。図 3-2.6.8-1(b)に、室温・90 MPa 水素ガス中で取得した $P-CMOD$ 線図を示す。90 MPa 水素ガス中における破壊靱性の平均は $12.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ となり、大気中に比べ著しく低下した。大気中とは異なり、90 MPa 水素ガス中では破面全面にわたり平坦破壊が生じていた。このことから、90 MPa 水素ガス中で取得した破壊靱性は、平坦破壊に対する破壊抵抗のみで決定されたと考えられる。また、90 MPa 水素ガス中での微視的な破壊様相は粒界破壊と擬へき開破壊であり、板厚中央部と試験片外縁部で破壊様相に違いは認められなかった。破壊靱性に対する板厚効果について、板厚の減少に伴い破面全体に占める平坦破壊の割合が小さくなり、破壊靱性が上昇することが知られている。この現象を定量的に評価する方法として、次式が提案されている。

$$G_c = F \times G_{Ic} + (1 - F) \times G_{Sc}$$

ここで、 G_c はエネルギー開放率で表した試験片全体の見かけの破壊靱性、 F は平坦破壊部の破面率、 G_{Ic} は平坦破壊に対する破壊靱性、 G_{Sc} は斜め破壊に対する破壊靱性である。低～中強度の材料の破壊靱性に関する過去の研究では、試験片の板厚が十分に小さい場合、大気中において破面の全面が斜め破壊となることが知られている。一方、本供試材では、大気中でも平坦破壊が破面の大半を占め、水素ガス中では全面が平坦破壊であった。これらの結果から、超高強度材料では低～中強度の材料に比べて大気中での板厚効果は小さいと考えられる。また、高圧水素ガス中では、板厚 1.6 mm の薄板試験片においても全面が平坦破壊となっていたことから、破壊靱性に対する板厚効果は表れないと予想される。しかし板厚を変化させた試験片を用いた破壊靱性試験を行った結果、大気中および高圧水素ガス中の両方で板厚効果が存在することが明らかとなった。そのため、板厚効果は平坦破壊の割合のみで決定されるものではないと考えられる。

(3) U 曲げ試験による破壊特性評価

SCM435 鋼に二相域での熱処理を施すことにより作製したフェライトとマルテンサイトからなる Dual-Phase (DP)鋼を用いて U 曲げ加工、ボルト締めによる再負荷、陰極水素チャージからなる一連の水素脆化試験を行い、同強度・同組成の SCM435 マルテンサイト鋼の結果と比較をすることで水素脆化特性における組織変化の影響を調査した。その結果、以下の知見が得られた。(1) 水素脆性割れ試験の結果から締込み量で整理すると DP 鋼とマルテンサイト鋼の破断条件に明瞭

な差は見られなかった。(2) 締込み量の増加に伴いき裂の発生位置が外周表面に近づいたところから、今回の U 曲げ条件では、き裂の発生位置においてマルテンサイト鋼と同様に応力が支配的な役割を持つことが確認された。また、縦断面の観察から DP 鋼では内部き裂が確認されなかった。このことから、DP 鋼ではマルテンサイト鋼よりもき裂進展が容易であることと考える。(3) 耐水素脆化特性の評価において応力による影響が確認できた。有限要素解析によりき裂発生位置と主応力最大位置の関係を調べたところ、U 曲げ試験における DP 鋼のき裂発生位置と主応力最大の位置はマルテンサイト鋼よりも大きくずれていることが明らかとなった。そのため、DP 鋼の水素脆性では、応力以外の因子 (水素分布や塑性ひずみ) が大きく寄与していると考えられる。

② コンピュータ断層撮影(CT)実験によるき裂の非破壊 3次元解析技術開発

(1) マクロなき裂形態

2020 年度に導入した X 線顕微鏡を用いて、マルテンサイト鋼の粒界き裂伝播 3次元形態の解析を行った (図 3-2.6.8-2)。供試材は水素を含まない場合でも粒界破壊を起こすモデル合金である Fe-8Ni-0.1C 合金の焼入れままマルテンサイトを用いた。破壊靱性試験後のコンパクトテンション試験片の中心部分を放電加工機により切り出し、X 線顕微鏡測定を行った。マルテンサイト組織中にはラス境界、ブロック境界、パケット境界、旧オーステナイト粒界といったように種々の粒界・境界が存在するが、粒界き裂はほとんどの場合、旧オーステナイト粒界に沿って伝播する。しかし、き裂は一様に伝ばしているわけではなく、図 3-2.6.8-2(a)の矢印で示したような箇所は粒界き裂が連続しておらず、非破壊リガメントを多く残すような形で不連続・断続的に伝ばしていることがわかった。図 3-2.6.8-2(b)は各き裂セグメントの開口変位量を色の変化で示したものであり、先端に行くほど開口変位が減少していることがわかる。そのため、破壊はモード I タイプであると考えられる。遠方応力から算出した分解垂直応力が高い旧オーステナイト粒界にて優先的にき裂が伝播すると予想されるが、分解垂直応力とき裂開口変位の間には相関を確認することはできなかった。そのため、マクロな力学因子よりもマイクロ組織が大きな影響をおよぼしていると考えられる。

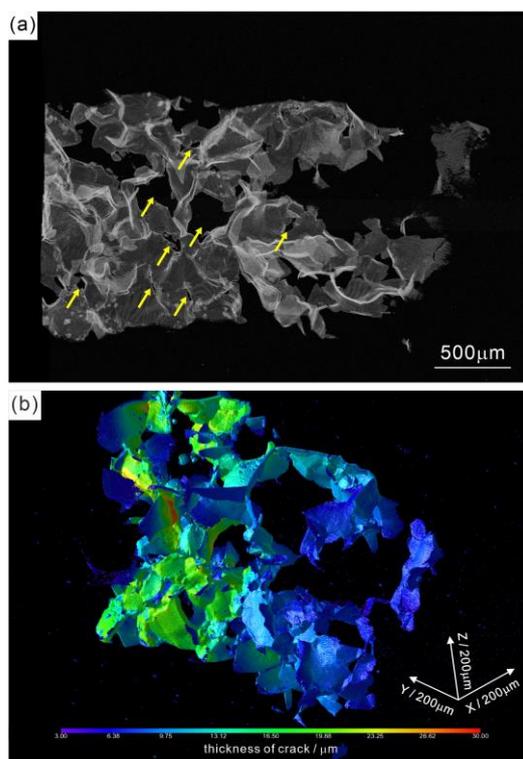


図 3-2.6.8-2 X 線 CT により同定したマルテンサイト鋼の粒界き裂 3次元形態。

(2) き裂伝ば形態とマイクロ組織の関係

超高強度マルテンサイト鋼におけるき裂伝ばにおよぼす結晶学的組織の影響を明らかにするために、旧オーステナイト (γ) 粒界を挟んだ両側のマルテンサイト組織および旧 γ 粒の結晶方位の特徴を表すパラメータの評価法を確立し、脆化材に適用してき裂の有無と粒界の結晶学的特徴の関係を明らかにすること、および、水素脆化との類似性が指摘されている液体金属脆化した材料においても、き裂と粒界の結晶学的特徴との関係調査を行った。これまでの取り組みで、粒界き裂のリガメントは、旧 γ 粒界における小角のマルテンサイト境界に対応する確率が高いことが示されている。そこで、旧 γ 粒界におけるマルテンサイトの結晶方位差に影響し得る二種類の方位差を検討した。一つ目は、母相 γ 状態での粒界方位差 $\Delta \theta^\gamma$ である。これは、マルテンサイト方位に基づいて母相 γ 方位を再構築すれば、通常の結晶粒間の方位差として評価することができる。二つ目の方位差は、粒界において生成したマルテンサイトの K-S 関係からのずれ角を表す $\Delta \theta^{K-S}$ である。そして、特に進展が抑制されていると思われるき裂に対して $\Delta \theta^\gamma$ と $\Delta \theta^{K-S}$ を評価した結果、 $\Delta \theta^\gamma$ はランダム方位から予想される平均以上のもの、平均以下のものも両方見られるが、 $\Delta \theta^{K-S}$ は、いずれも平均値を下回っていた。このことは、これらの γ 粒界でバリエーション選択が働きマルテンサイトが核生成することで小角方位差のマルテンサイト境界が形成されうることを意味しており、小角方位差のマルテンサイト境界でのリガメントが観察される確率が高いことと対応している。

③ マルテンサイトの新規マイクロ組織観察技術開発

(1) 単純モデル合金のマルテンサイト組織解析 (IF 鋼および低炭素鋼)

まず IF 鋼マルテンサイトを対象とし、マルテンサイト組織中の最小組織単位であるラス組織に対して、走査型電子顕微鏡 (SEM) による同定を試みた。まず SEM / in-lens 検出器によりマルテンサイト組織をキャラクターゼーションした後、その観察領域から集束イオンビーム加工により透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察用薄膜を作製し、SEM / in-lens 検出器と TEM にて同一視野を観察した。これまでラス組織を解析するためには TEM を用いる必要があったが、SEM / in-lens 検出器によってラス組織を明瞭に観察できることが明らかとなった。TEM 観察は試験片を薄膜化しなければならない一方で、SEM はバルク材を用いることができる。そのため、この結果はバルク材を用いてラス組織を観察できることを意味している重要な結果である。また Nano-diffraction を用いた方位自動マッピング技術をマルテンサイト組織に適用した。Nano-diffraction を用いた方位自動マッピングによって、通常 SEM-EBSD では困難であった一つのラス内の方位変化を明瞭に解析できることを明らかにした。更にラス内の方位差はラスサイズに依存している傾向を確認することができた。

(2) 実用鋼のマルテンサイト組織解析(SCM435 鋼)

SCM435 鋼に熱処理を施すことにより、焼き戻しマルテンサイト材とフェライト-マルテンサイト二相材を作製した。焼き戻し材の光学顕微鏡写真と結晶方位

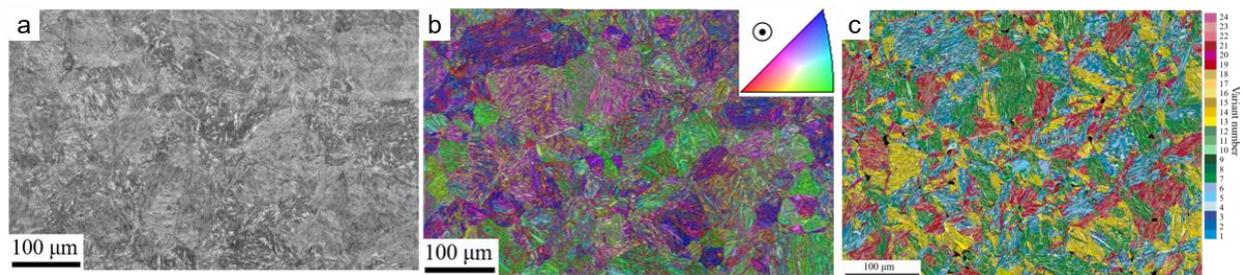


図 3-2.6.8-3 焼き戻しマルテンサイト材の(a) 光学顕微鏡写真, (b) 結晶方位図, (c) バリエントマップ (オーステナイト逆解析)。

図を図 3-2.6.8-3(a)と(b)に示す。いわゆる大角粒界で定義した結晶粒に相当するブロックは、光学顕微鏡像においてはコントラスト差により認識する事が出来る。ただし、識別できない場所も多く定量評価を行うことは難しい。また、旧オーステナイト粒も一部識別できるが境界が明瞭でない部分も多いため、粒径を求めることは難しい。結晶方位図では結晶方位差を直接利用して結晶粒を判定することが出来るため容易にブロックを識別することが出来る。しかし、ブロック厚の結晶方位依存性などラスマルテンサイトとしての形態およびサイズの定量評価は難しい。旧オーステナイト粒についても光学顕微鏡像よりも明確に識別することが出来るが、所々判別しにくい粒界が存在する。図 3-2.6.8-3(c)にオーステナイト逆解析法を用いて作成したバリエントマップを示す。この図の各色は各オーステナイト粒内でのマルテンサイトのバリエントを示している。黒はオーステナイト粒を同定できなかった領域となる。一部の小さなオーステナイト粒を同定できていない領域があるが、ある程度の面積を有したオーステナイト粒は同定が出来ており十分に定量評価が可能である。DP 材は二相域熱処理中に生じたオーステナイトから変態したマルテンサイトと、再結晶したフェライトで構成されている。IQ マップの明度が高い領域は組成ひずみの低い領域と考えられ、フェライト粒が対応すると考えられる。実際にはマルテンサイトでも IQ 値が高い領域もあるので IQ 値のみでは判別が難しい。本解析では IQ 値と局所方位差 (KAM) および結晶粒サイズを使ってマルテンサイト部を同定し解析を行っている。組織が微細な領域では解析がうまくいかないところがあるが、多くのマルテンサイト部についてはバリエントの同定までできることが明らかとなった。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.6.8-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2021FY	0	0	5	0	0	0	0	0	1
2022FY	1	1	1	0	0	0	0	0	1
合計	1	1	6	0	0	0	0	0	2

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.6.8-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2021FY	0	0	0
2022FY	0	0	0
合計	0	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.6.8.3 参考文献

なし

2.7 研究開発項目⑦「熱可塑性 CFRP の開発」

2.7.1 [テーマ番号 2 7]「熱可塑性 CFRP の開発および構造設計・応用加工技術の開発」(2014 年度～2022 年度)

2.7.1.1 テーマの概要

(1)背景と目的

① 背景

世界的な環境負荷低減の要求拡大を背景に、CO₂ 排出量削減の動きが加速している。欧州では 2021 年から新車の CO₂ 排出量は 95g/km となり、要求を満足できない場合、2019 年から CO₂ 1g あたり 95€のペナルティが課されている。加えて、EV 化による航続性能向上やバッテリーおよび CASE 装備に伴う重量増要因も加わり、自動車構造の軽量化技術として CFRP への期待は高い。

CFRP 市場としては年率 11%程度の拡大が予測され、それに伴い CFRP 廃材量も拡大し今後、大量の FRP 廃棄物が発生する。現状では CFRP 廃材のほとんどが地中廃棄されているが、欧州を中心に量的制限等の取組みが強化され、CN 目標達成にはライフサイクル全体における環境負荷を低減するための CFRP リサイクルシステムの構築が求められている。

このような中、本プロジェクトでは低コスト複合材の有力技術である LFT-D (Long Fiber Thermoplastics - Direct) 工法を根幹技術として、NEDO/ISMA の委託を受け自動車への適用を目指した実証研究に取り組んだ。本技術は、繊維長の比較的長い炭素繊維と熱可塑樹脂を混練して得られる押出素材を高速プレス成形することで軽量・低コストな部材を得る技術である。多様な素材をそのまま投入できるメリットを有する。1・2 期で基本技術を開発し、3・4 期では、長さが不揃いで取り扱いが難しい綿状のリサイクル CF の有力な成形法として研究開発に取り組んだ。

② 目的

LFT-D 工法は、材料供給から最終製品までのダイレクトな一貫自動生産システムにより、中間加工材を不要とした短時間成形を可能とし、CFRP 製法としてはこれまでにない低コストな方法である。基本的にプレス金型が抜ければ形状制約はなく、ネット成形が可能である。また、熱可塑樹脂のもつ、再成形性、リサイクル性、融着接合性の特長を有する。(図 3-2.7.1.1-1)

一方、LFT-D 成形材は連続繊維に比べて強度・剛性が低く、繊維長・配向のバラツキが大きいことが挙げられ、素材の特性を見極めると共に、最適かつ安定的なプロセス確立および設計手法の開発が課題である。

現状では世界的にもガラス繊維使いの LFT-D は普及しているが、炭素繊維の LFT-D は要素研究の段階にあり、本プロジェクトでは、世界に先んじて CF/PA6 を用いた構造用の LFT-D 技術の実用化を目指した。

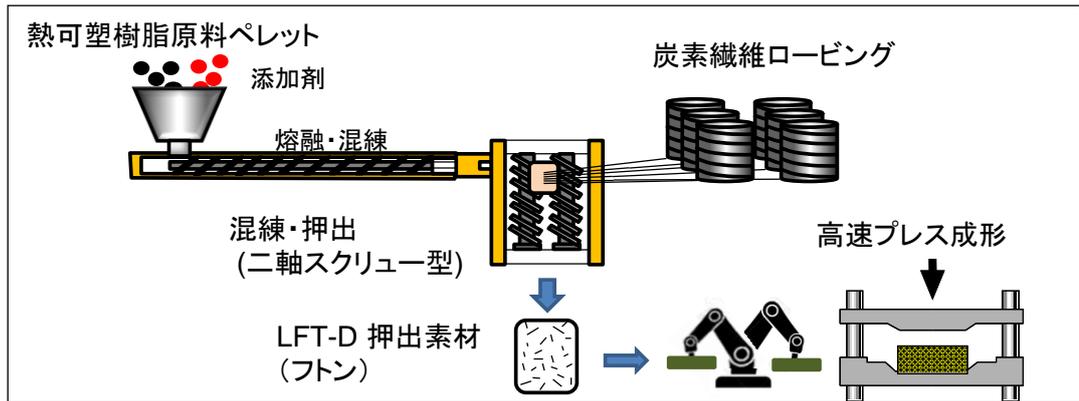


図 3-2.7.1.1-1 LFT-D 成形プロセス概要

(2)目標値

①LFT-D 技術の位置づけ

CFRP の成形法は数多く存在するが、航空機等に主用される連続繊維を用いたオートクレーブや RTM 成形法に対し、不連続繊維による LFT-D 成形は量産自動車用としてコストと強度性能を両立する技術として位置づけられる。(図 3-2.7.1.1-2)

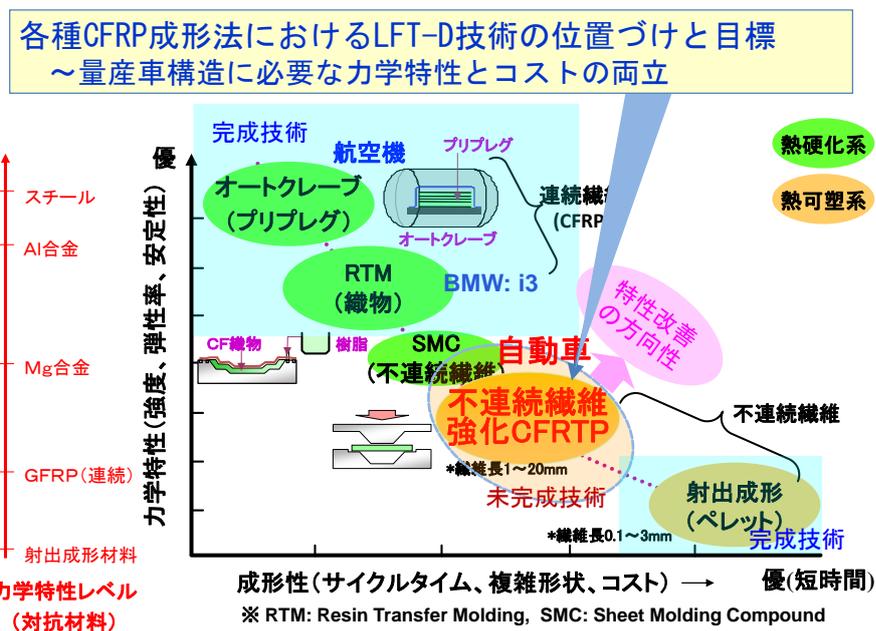


図 3-2.7.1.1-2 CFRP 成形法の位置づけ

②プロジェクト全体目標

下記をプロジェクトの全体目標とし、従来車両を凌駕する軽量・低コストな LFT-D 構造技術を開発する。

- ・ 軽量化：従来アルミ車より軽量の車体構造
- ・ 低コスト化：量産車（月産 8000 台レベル）に対応する生産性
- ・ 実車モデル LFT-D 構造の剛性試験による技術実証

<目標設定の考え方>

- ・ 基準とする従来車として、実績のあるアルミ構造車を基準とする。
- ・ アルミ構造車は従来スチール車に対し、 $\Delta 30\sim 40\%$ の軽減が得られており、CFRP 構造の BMW i3 も同等レベルにある。従って、アルミ車を凌ぐ軽量化と従来 CFRP 工法よりはるかに生産性の良い LFT-D 構造を実現できれば、新規の事業化に繋がる。
- ・ 上記の目標について、1・2 期では Lotus Elise 構造（アルミ）をモデルにした LFT-D 構造の実証試験にて実証した。（図 3-2.7.1.1-3）3・4 期では、EV 車をモデルにしたマルチ材料 LFT-D 構造にて実証した。（図 3-2.7.1.1-4）

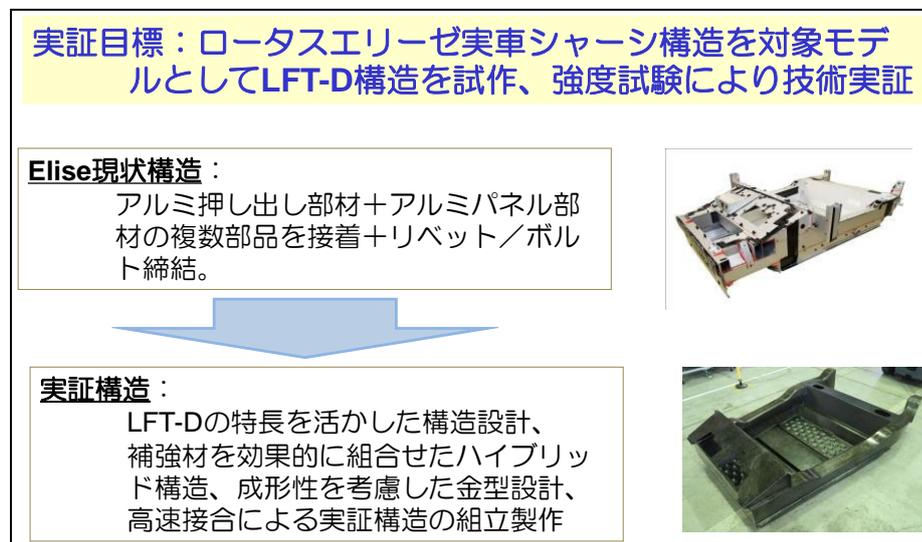


図 3-2.7.1.1-3 技術実証（1・2 期）

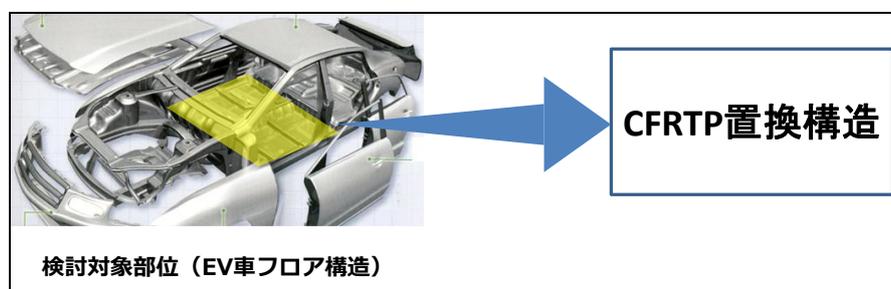


図 3-2.7.1.1-4 3・4 期技術実証計画

将来的には、炭素繊維の需要急拡大による量産化効果、および革新炭素繊維基盤技術開発で進められているような新たな低廉 CF 材の実用化により、材料コストの大幅低減による市場拡大が期待できる。

③ 研究開発目標

表 3-2.7.1.1-1 に各期における研究開発項目と目標を示す。

表 3-2.7.1.1-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
(e) LFT-D 成形の要素技術の開発 (2014～2017年度)	<ul style="list-style-type: none"> 炭素繊維と熱可塑樹脂の混練体の流動特性と材料特性の関係を解析し、混練プロセスの最適条件を解明し、基礎的力学的モデルを提案する。 これらの解析に使用する初歩的な CAE 解析技術を確立する。 	<ul style="list-style-type: none"> H27 導入小型 LFT-D 設備による混練プロセス解明、および LFT-D 特性向上を図る。 H26, 27 導入設備を用いて成形パラメータ・条件と成形板物性との相関を取得するとともに、それらのデータ分析・評価を行い最適成形プロセスの基礎技術を確立する。 LFT-D 材料特性 DB の構築に着手する。 CAE 成形解析法の高度化、実証構造の成形シミュレーションにより基礎技術を確立する。 	(残存課題について研究開発項目(j)にて継続)	(残存課題について研究開発項目(j)にて継続)
(f) 大物高速成形技術の開発 (2014～2017年度)	<ul style="list-style-type: none"> 初歩的なボディ部材のプレス成形技術を確立。 部材剛性確保のための LFT-D 使用構造の部分補強を試行。 ハイブリッド成形構造を達成するためのマテハン技術構築の概念を決定。 	<ul style="list-style-type: none"> 実証構造部材の成形条件および量産化に繋がる要素技術を確立する。 技術実証用構造部の成形要素技術を確立する。 H27 導入設備を用いた補強材ハイブリッド一体成形技術を確立する。 LFT-D 一貫成形ラインのハイサイクル高速マテハン技術の要素技術を確立する。 LFT-D 構造の最適設計 DB 構築に着手する。 高速 NDI 要素技術を開発する。 	(残存課題について研究開発項目(j)にて継続)	(残存課題について研究開発項目(j)にて継続)

(g) 大物高速 接合技術の開 発（2014～ 2017年度）	・熱可塑性 CFRP 使用 部材同士を高速で接合 できる方法を見極め、 最適手法を選択する。	・LFT-D 部材同士の高 速接合基礎技術を確立 する。 ・アルミ部材とのマル チマテリアル接合の基 礎記述を確立する。	（残存課題について研 究開発項目(j)にて継 続）	（残存課題について 研究開発項目(j)にて 継続）
(h) 意匠性外 板製造技術の 開発（2014～ 2017年度）	・高意匠性を支配する 技術要因を分析し、基 礎技術を見極めるとと もに、候補となる素材 を選定し、適用するプ ロセスを絞り込む。	・選定した素材を用い て、高意匠性付与と強 度・剛性のある程度両 立する技術を確立す る。	（該当なし）	（該当なし）
(i) 実証評価 （2014～2017 年度）	・実車模擬 LFT-D 構造 の試作・試験により技 術実証を行う。	・ロータスエリーゼ実 車模擬 LFT-D 車体構造 の部品製作および接合 組立を行い、剛性試験 によりプロジェクト目 標の達成度を検証す る。	（該当なし）	（該当なし）
(j) LFT-D 高 速成形最適化 技術の開発 （2018～2022 年度）	（該当なし）	（該当なし）	(j1) LFT-D 成形材の物 性向上の研究を行う。 弾性率 25GPa を目標 とする。 (j2) LFT-D 中間素材の 繊維分散等の繊維性状 の定量的評価法を開発 する。 (j3) LFT-D 混練 CAE 技術の研究を行う。ま た、プレス成形 CAE 技術を確立するととも に、プレス成形に伴う 繊維配向異方性を考慮 した最適設計 CAE 技 術の研究を行い、剛性 最適化技術を開発す る。 (j4) プレス成形に伴う 反り変形の抑制技術を 開発するとともに、 LFT-D 成形材同士の溶	(j1) ・ 新 LFT-D 成形システムを構築 し、物性目標を達成 し得る最適な成形プ ロセス条件を確立す る。引張弾性率： 25GPa、引張強度： 200MPa、物性バラツ キ改善を目標とす る。 (j2) LFT-D 混練材の 繊維配向、分散等の 繊維性状の定量的評 価技術を確立する。 (j3) 成形材の場所毎 の繊維配向異方性を 考慮した成形・設計 連成 CAE 技術を確 立する。

			<p>着接合界面の NDI 法を開発し、安定品質を得る高速溶着接合技術を確立する。</p> <p>(j5) 革新炭素繊維 LFT-D 成形に関する検討を行う。</p>	
<p>(k) 熱可塑性 CFRP マルチマテリアル成形技術の開発 (2018～2022 年度)</p>	(該当なし)	(該当なし)	<p>(k1) その場重合成形による連続繊維プリフォームと LFT-D 中間素材とのハイブリッド成形技術を開発する。また、新創案の非混練フレック法によるフレック繊維と LFT-D 中間素材とのハイブリッド成形法の基礎技術を開発する。</p> <p>(k2) ハイブリッド成形の高速マテハン技術・設備を開発するとともに、ハイブリッド成形を適用したマルチマテリアル自動車部品の設計および試作評価を行う。</p> <p>(k3) 熱可塑性 CFRP マルチマテリアル設計法に関する基礎データを取得する。</p>	<p>(k1) その場重合成形による連続引抜成形技術を確立するとともに、連続引抜 UD テープによるフレックシート基材の成形技術を開発する。</p> <p>(k2) フレックシート基材と LFT-D 混練材とのハイブリッド成形およびマテハン技術を開発するとともに、CFRTP マルチマテリアル設計フロアパネルによる成形実証を行う</p> <p>(k3) ハイブリッド成形フロアパネルとサイドシルとの接合構造を試作し、設計および成形性の評価を行う。</p>
<p>(l) 熱可塑性 CFRP 評価・解析技術の開発 (2018～2022 年度)</p>	(該当なし)	(該当なし)	<p>(l1) 熱可塑性 CFRP の動的・経時特性を評価するとともに、破壊メカニズム解明の研究を行い、材料特性予測の基礎技術を開発する。</p> <p>(l2) 材料データベースの一部を構築する。</p> <p>(l3) 熱可塑性 CFRP 試</p>	<p>(l1) X 線 CT および タルボ・ロー干渉計による LFT-D 材料特性評価技術を開発する。</p> <p>(l2) LFT-D 材の歪速度影響および疲労強度特性評価を行うとともに、材料特性予</p>

			<p>験法標準化の調査・検討を行う。</p> <p>(14) 構造設計 CAE に用いる実用的な材料モデルを提案する。</p>	<p>測技術を開発する。</p> <p>(13) 熱可塑性 CFRP 試験法標準化の調査・検討を行う。</p> <p>(14) 構造設計 CAE に用いる実用的な材料モデルを提案する。</p>
<p>(m) 自動車向 リサイクル CF 適用化技 術の開発 (2018~2022 年度)</p>	(該当なし)	(該当なし)	<p>(m1) 航空機 CFRP 廃材および自動車用水素タンク廃材等の多様な CFRP 廃材からリサイクル CF を効率的に回収できる過熱水蒸気処理プロセスの開発を行う。</p> <p>(m2) リサイクル CF および LFT-D 工程内廃材を用いた LFT-D 成形技術を開発する。</p> <p>(m3) LCA 評価法に関する基礎的な調査を行い、LFT-D 成形 CFRP に関する LCA の予備的な評価を行う。</p>	<p>(m1) 過熱水蒸気処理による CFRP 水素タンク廃材からのリサイクル CF 回収技術を確立する。</p> <p>(m2) リサイクル CF を用いた LFT-D 成形技術を確立する。</p> <p>(m3) CFRP リサイクルに関する LCA 評価を行う。</p>

(3)全体計画

1・2期でLFT-D成形の基本技術を開発、シャシ構造による技術実証を達成したが、実用化に向けて多くの解決すべき課題も明らかになった。これらのLFT-D残存課題のクリアおよび新たに設定された新規課題の開発を目標に、3・4期の課題設定と実施計画を策定した。(図3-2.7.1.1-4)

1・2期と3・4期の研究開発課題についてそれぞれ表3-2.7.1.1-2、-3に示す。

I期 (2013-2015年度)	II期 (2016-2017年度)	III期 (2018-2020年度)	IV期 (2021-2022年度)	
(e) LFT-D成形の要素技術の開発		<div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin-right: 5px;">残存課題</div> <div style="margin-right: 10px;">}</div> <div>物性向上、薄板化 など</div> </div> <div style="display: flex; align-items: center; margin-top: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin-right: 5px;">新規課題</div> <div style="margin-right: 10px;">↓</div> <div>リサイクル、マルチマテリアル 繊維性状分析手法 など</div> </div>		
(f) 大物高速成形技術の開発			(j) LFT-D高速成形最適化技術の開発	
(g) 大物高速接合技術の開発			(k) 熱可塑性CFRPマルチマテリアル成形技術の開発	
(h) 意匠性外板製造技術の開発			(l) 熱可塑性CFRP評価・解析技術の開発	
(i) 技術実証			(m) 自動車向リサイクルCF適用化技術の開発	

図 3-2.7.1.1-4 研究開発の全体計画

表 3-2.7.1.1-2 研究開発課題（1・2期）

研究開発課題 (大項目)	研究開発課題(中項目)
(e)LFT-D成形の要素技術の開発	e1: LFT-D成形法に最適な成形プロセスの開発
	e2: LFT-D成形品の特性評価技術の検討
	e3: LFT-D成形品のデータベースの一部の構築
	e4:最適成形プロセスを効率的に実現するためのCAE解析技術の開発
(f)大物高速成形技術の開発	f1:大物LFT-D成形品をハイサイクルでプレス成形する技術の開発
	f2: LFT-D混練体をプレス機に搬送、チャージするマテリアルハンドリング（マテハン）技術の開発
	f3: LFT-D構造設計技術の開発
	f4: 補強材ハイブリッド成形技術の開発
	f5: 高速NDI技術の開発
(g)大物高速接合技術の開発	g1:大物成形品同士を高速で接合するための要素技術の開発
	g2:量産自動車の生産性に対応できる接合部位の高速非破壊検査技術の開発
(h)意匠性外板製造技術の開発	h1: 高意匠性を有する熱可塑性CFRP部材の材料・成形プロセス技術の開発
(i)実証評価	ii: 実車模擬LFT-D構造の試作・試験による技術実証

表 3-2.7.1.1-3 研究開発課題（3・4期）

研究開発課題 (大項目)	研究開発課題(中項目)
(j)LFT-D高速成形最適化技術の開発	(j1) LFT-D材料物性向上及び薄板化技術の開発
	(j2) LFT-D材繊維性状の定量的評価法の開発
	(j3) LFT-D成形および設計CAE技術の開発
	(j4) 高速溶着接合技術の開発
(k)熱可塑性CFRP高速ハイブリッド成形技術の開発	(k1) その場重合ハイブリッド成形技術の開発
	(k2)ハイブリッド高速成形マテハン技術の開発
	(k3)LFT-Dハイブリッド構造設計技術の研究
(l) 熱可塑性CFRP評価・解析技術の開発	(l1) 熱可塑性CFRPの材料特性予測技術の研究
	(l2) 熱可塑性CFRP材料のデータベースの一部の構築
	(l3) 熱可塑性CFRPの試験法標準化の研究
	(l4) 非線形性を考慮した材料モデルの開発
(m) 自動車向けリサイクルCF適用化技術の開発	(m1) リサイクル炭素繊維回収技術の開発
	(m2)リサイクル炭素繊維のLFT-D適用技術の研究
	(m3) 熱可塑性CFRPのLCA評価法の研究

(4)実施体制

集中研企業および分担研、再委託先機関が関係するプロジェクトを円滑に遂行するため、下記の会議体による推進体制で進めた。

- ・ ステアリング委員会（月次）：NCCと集中研企業で構成され、プロジェクト方針事項、重要事項の審議、決定。
- ・ ワーキンググループ（WG）：材料、成形、設計・接合、ハイブリッド、評価・解析、リサイクルの各WGを組織、実務作業を推進。
- ・ 合同WG：WG間の問題議論、情報共有。必要に応じ開催。
- ・ 成形トライチーム：NCCおよび実施機関における成形試験を実行指揮。
- ・ 分析・評価チーム：物性測定、結果の分析、評価実施。関連WGへ報告。
- ・ 事務局（アドミニストレーション業務管理事務局、知財事務局）

さらに、プロジェクト活動の学術的な支援を行うために、名古屋大学を中心とする学術支援WGを設置し、LFT-D特性解明等の理論あるいは数値計算による学術的な研究を実施し、プロジェクトへフィードバックした。分担研、再委託先については、実施項目に応じて、各WGに参画する体制とした。各期における参加機関・企業の体制について表 3-2.7.1.1-4 に示す。

表 3-2.7.1.1-4 参画機関・企業

区分	参画機関・企業*	担当作業	1期		2期		3期			4期	
			2014年度	2015年度	2016年度	2017年度	2018年度	2019年度	2020年度	2021年度	2020年度
集中研	トヨタ自動車	プロジェクト推進	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	本田技術研究所	↑	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	スズキ	↑	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	三菱自動車	↑	✓	✓	✓	✓					
	SUBARU	↑	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	東レ	↑	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	帝人	↑	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	三菱ケミカル	↑	✓	✓	✓	✓					
	アイシン精機	↑	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓		
	コマツ	↑	✓	✓	✓	✓					
	共和工業	↑	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	KADO	↑					✓	✓	✓	✓	✓
	福井ファイバーテック	↑					✓	✓	✓	✓	✓
分担研	産業総合研究所	材料物性評価・試験法	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	KADO	ロボットマテハンシステム	✓	✓	✓	✓					
	島津製作所	材料特性解明					✓	✓	✓	✓	✓
	JFCC	CF回収技術						✓	✓	✓	✓
	高砂工業	CF回収技術						✓	✓	✓	
	トヨタカスタマイジング&デベロップメント	構造設計・試作・試験 接合技術						✓	✓	✓	✓
	コニカミノルタ	材料評価技術						✓	✓	✓	✓
再委託先	トヨタカスタマイジング&デベロップメント	構造設計・試作・試験	✓	✓	✓	✓	✓				
	東レエンジニアリング Dソリューションズ	成形・設計 CAE	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	大成プラス	接合技術	✓	✓	✓	✓					
	名機製作所	成形要素実験	✓	✓	✓	✓	✓	✓			
	JAXA	NDI 技術	✓	✓	✓	✓					
	石川県工業試験場	溶着接合技術	✓	✓	✓	✓					
	福井県工業技術センター	薄層 UD セミプリプレグシート	✓	✓	✓	✓					
	東京大学	強度予測技術					✓	✓	✓	✓	✓
	日本大学	T-RTM 成形技術					✓	✓	✓	✓	✓
	JFCC	CF回収技術					✓				
	高砂工業	CF回収技術					✓				
	日立化成	CF回収技術					✓				
	金沢工業大学	CNF 添加強化技術							✓	✓	✓
	豊田通商	CFRP リサイクル技術評価									✓

*最新の社名を示す

(5)運営管理

- ・ プロジェクト運営管理のツールとして、期初にプロジェクト全体の実施計画（マスタープラン）を策定し、ステアリング委員会で承認を得て各 WG に展開、毎月のステアリング委員会で進捗報告を行うことにより、PDCA を回す。
- ・ 分担研、再委託先については、実施内容および担当 WG をアサインし、各 WG で管理。
- ・ 各ワーキンググループは、月 1 回程度の頻度で開催。NCC、集中研企業、分担研および再委託先の研究員を中心に、個別テーマについて具体的な検討、議論、意思決定を行うなど、実務作業を推進。
- ・ 合同 WG：各 WG 間にまたがる課題等について、各 WG からの報告と議論を通じて、問題解決と情報共有を行う。
- ・ 成形トライ：NCC の成形設備（3500 トンプレス機大型 LFT-D 成形システム、300 トン小型 LFT-D 成形装置および T-RTM 成形用 800 トンプレス機システム）を用いた NCC での成形トライは月 1～2 回ペースで実施。外部実施機関での実験等は関連 WG の計画に基づき実施。
- ・ 分析・評価チーム：毎週開催。NCC を中心に、物性測定結果の分析および評価手法について検討し、材料 WG 活動へ反映。
- ・ 学術支援WG：年 2 回開催。担当の先生方から各テーマの研究計画と成果の報告を行い、企業との意見交換、議論を通じて、企業ニーズや要望等を研究に反映。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030 年度）

① 基本前提条件

- ・ 費用としては、現国プロ段階から LFT-D 実車開発段階における集中研カーメーカー5社（1・2期）における研究開発投資（推定）を対象とする。
- ・ 効果としては、集中研カーメーカー5社による国内販売、輸出および海外生産合計台数の売上（推定）を対象とする。（LFT-D 部品に関わる材料を含む総生産＝総付加価値と解釈）
- ・ LFT-D 適用車は 2026 年市場投入され、2026 以降 5 社が販売する新型車には全て LFT-D 適用車とし、各年の販売車の 12%が新型車とする。

② 費用（2030 年までの LFT-D 関連研究開発総費用）：総額 615 億円

- ・ NCC 当初導入設備費：15 億円
- ・ プロジェクト費用（2013～2022）：50 億円
- ・ 国プロ期間中の企業投資総額（5 社）：50 億円（想定）
- ・ 国プロ終了後の LFT-D 研究開発費（5 社）：約 500 億円（想定）

③ 効果

- ・ LFT-D 適用車台数推算：約 1540 万台(2026 年～2030 年)
- ・ LFT-D 適用部品重量 40kg（平均車体重量 1500kg、その中の構造重量 390Kg の約 10%と想定）（40kg 軽量化）
- ・ LFT-D 部品売上総額(2026 年～2030 年)：約 9240 億円
（カーメーカー5 社分総付加価値：約 2300 億円）
- ・ 燃費削減：0.3km/L→ガソリン削減総量@2030 年：約 92,000kl
- ・ CO₂ 排出削減総量@2030 年：約 2 億 t

2.7.1.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.7.1.2-1 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成度※	未達の場合 原因と 解決方針
(e) LFT-D 成形の要素技術の開発 (2014～2017 年度)	<ul style="list-style-type: none"> ・ H27 導入小型 LFT-D 設備による混練プロセス解明、および LFT-D 特性向上を図る。 ・ H26, 27 導入設備を用いて成形パラメータ・条件と成形板物性との相関を取得するとともに、それらのデータ分析・評価を行い最適成形プロセスの基礎技術を確立する。 ・ LFT-D 材料特性 DB の構築に着手する。 ・ CAE 成形解析法の高度化、実証構造の成形シミュレーションにより基礎技術を確立する。 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 物性の支配因子である繊維長と分散について、方向性を見出した。 ・ 独自の繊維長（分布）および配向測定法を確立した。 ・ LFT-D 材の圧縮特性の基礎データを取得した。 ・ 成形流動および反り変形の CAE 予測手法について、実測データとの突合せにより、精度向上を行った。 	○	
(f) 大物高速成形技術の開発 (2014	<ul style="list-style-type: none"> ・ 実証構造部材の成形条件および量産化に繋がる要素技術を確立する。 ・ 技術実証用構造部の成形要素技術を確立する。 ・ H27 導入設備を用いた補強材ハイブリッド一体 	<ul style="list-style-type: none"> ・ LFT-D 成形基幹設備の改良が完了し、設備システムが完成した。安定的なフルパック成形条件を確立した。 ・ 精度向上のためのマテハンの改造を行った。 ・ LFT-D 最適設計法の概念を構築し、Hat 材での試行を行った。 	○	

～2017年度)	成形技術を確立する。 ・ LFT-D 一貫成形ラインのハイサイクル高速マテハン技術の要素技術を確立する。 ・ LFT-D 構造の最適設計 DB 構築に着手する。 ・ 高速 NDI 要素技術を開発する。	・ 構造要素試験を実施し、予測との良好な整合性を確認した。 ・ LFT-D/補強材ハイブリッド成形技術の基本技術を確立した。 ・ 3次元超音波探傷 NDI 検査を行い、接合界面の健全性を確認した。		
(g) 大物高速接合技術の開発 (2014～2017年度)	・ LFT-D 部材同士の高速度接合基礎技術を確立する。 ・ アルミ部材とのマルチマテリアル接合の基礎記述を確立する。	・ 部分構造試験により超音波融着の十分な接合強度を確認した。 ・ 実証構造の融着接合システムを完成し、融着接合トライを行った。	○	
(h) 意匠性外板製造技術の開発 (2014～2017年度)	・ 選定した素材を用いて、高意匠性付与と強度・剛性のある程度両立する技術を確立する。	・ 意匠性のパラメータである表面粗さの発生メカニズムを解明する熱収縮1次元モデルを作製し、検証した。	○	
(i) 実証評価 (2014～2017年度)	・ ロータスエリーゼ実車模擬 LFT-D 車体構造の部品製作および接合組立を行い、剛性試験によりプロジェクト目標の達成度を検証する。	・ 上記要素技術を活用したシャシ構造対を試作し、経済性や効率性・重量の観点から融着による接合法の優位性等の知見および反り対策等の課題を得た。 ・ 今後の LFT-D 特性向上（物性・配向設計）＋高剛性接合（US 溶着・高弾性接着剤）により高比剛性シャシ構造の実現の目途が得られた	○	
(j) LFT-D 高速成形最適化技術の開発	(j1) 新 LFT-D 成形システムを構築し、物性目標を達成し得る最適な成形プロセス条件を確立する。 引張弾性率：25GPa、引張強度：200MPa、物性バラ	(j1) ・ LFT-D 物性向上の新アプローチによる LFT-D 成形により、目標値を得る成形条件を見出した。また大幅なばらつき改善の結果を得た。本成形法の大型高速化のため新 LFT-D 大型成形設備システムを構築した。	○	

	<p>ツキ改善を目標とする。</p> <p>(j2) LFT-D 混練材の繊維配向、分散等の繊維性状の定量的評価技術を確立する。</p> <p>(j3) 成形材の場所毎の繊維配向異方性を考慮した成形・設計連成 CAE 技術を確立する。</p>	<p>・ LFT-D 薄板化に取組みフロアパネルおよびリアパネルについてほぼ設定板厚を達成した。</p> <p>(j2) タルボ・ロー干渉計による繊維性状（繊維配向、Vf、分散性）の高速測定、定量評価、可視化・表示技術を確立した。</p> <p>(j3) 繊維配向異方性を考慮した成形・設計連成 CAE を開発し、構造要素による剛性最適設計による軽量化効果を検証した。</p>		
<p>(k) 熱可塑性 CFRP マルチマテリアル成形技術の開発</p>	<p>(k1) その場重合成形（T-RTM）による連続引抜成形技術を確立するとともに、連続引抜 UD テープによるフレックシート基材の成形技術を開発する。</p> <p>(k2) フレックシート基材と LFT-D 混練材とのハイブリッド成形およびマテハン技術を開発するとともに、CFRTP マルチマテリアル設計フロアパネルによる成形実証を行う</p> <p>(k3) ハイブリッド成形フロアパネルとサイドシルとの接合構造を試作し、設計および成形性の評価を行う。</p>	<p>(k1) T-RTM 連続引抜成形による UD テープから製作した非混練フレック繊維の製造技術を確立した。</p> <p>(k2) T-RTM プリフォーム成形用 800 トンプレス機および付帯設備の設置を完了した。プリフォーム補強材と LFT-D フトンとのハイブリッド成形用マテハンシステムを構築した。</p> <p>(k3) 既存 EV 車のフロアパネルを題材とした CFRTP 置換設計による軽量化効果を検証した。設計に基づき、部分構造供試体ハイブリッド成形フロアパネル構造を試作し、成形性を確認した。また供試体の側面衝突模擬試験を行い、衝突安全性を確認した。</p>	○	
<p>(l) 熱可塑性 CFRP 評価・解析技術の開発</p>	<p>(l1) X 線 CT およびタルボ・ロー干渉計による LFT-D 材料特性評価技術を開発する。</p> <p>(l2) LFT-D 材の歪速度影響および疲労強度特性評価を行うとともに、材料特性予測技術を開発する。</p> <p>(l3) 熱可塑性 CFRP 試験</p>	<p>(l1) タルボ・ロー干渉計による LFT-D 材料特性（Vf, ひずみ分布、配向）評価に関する研究を行った。</p> <p>引張・圧縮強度予測理論モデルの検証（海技研）、大規模シミュレーションによる強度予測の検証（東京大学）、およびマルチスケールモデルによる力学特性シミュレーション（名古屋大学）を行い、材料特性予測の基礎技術</p>	○	

	<p>法標準化の調査・検討を行う。</p> <p>(I4) 構造設計 CAE に用いる実用的な材料モデルを提案する。</p>	<p>を開発した。</p> <p>(I2) LFT-D 材の疲労試験法（両振曲げ）の有効性を確認するとともに、有意な SN データを作成した。</p> <p>(I3) 疲労試験法について標準化の検討を行い、スペック案を作成した。</p> <p>(I4) 粘弾塑性モデルと損傷則を用いた LFT-D の応力-ひずみ非線形特性の予測、評価を行い、材料モデルを作成した。</p>		
<p>(m) 自動車向 リサイクル CF 適 用化技 術の開 発</p>	<p>(m1) 過熱水蒸気処理による CFRP 水素タンク廃材からのリサイクル CF 回収技術を確立する。</p> <p>(m2) リサイクル CF を用いた LFT-D 成形技術を確立する。</p> <p>(m3) CFRP リサイクルに関する LCA 評価を行う。</p>	<p>(m1) 水素タンク廃材および航空機 CFRP 廃材からリサイクル CF を高効率に回収可能な新過熱水蒸気処理炉を導入し、CF 回収処理プロセス・条件を確立した。</p> <p>回収 CF の単糸強度および界面強度を同時評価できる新フラグメンテーション試験法を開発するとともに、標準化の検討を行った</p> <p>(m2) リサイクル CF の LFT-D 成形用の材料供給装置を導入し、NCC 大型 LFT-D 押出機に装着するとともに大板成形を行い、プロセスを検証した。また工程内廃材を用いた混練成形性を評価した。</p> <p>(m3) CF 回収～LFT-D 成形工程における消費エネルギーのデータを取得した。</p>	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

以降のページでは関連する 1・2 期の成果も含めて 3・4 期のテーマ毎に研究成果を記載する。

(j) LFT-D 高速成形最適化技術の開発

(j1)LFT-D 材料物性の向上

LFT-D 力学特性の支配因子である LFT-D 押出素材（フトン）内の CF 繊維長（分布）と分散性の最適条件を探るべく、CF 材種、繊維体積含有率（Vf）、混練スクリュ条件を振った計 4 回の混練スクリュ実験を実施した。結果、目標

値を達成し得る条件を見出した。(図 3-2.7.1.2-1) さらに本条件を再現するための LFT-D 大型成形設備システムで成形トライを行い再現、検証した。

図 3-2.7.1.2-2 に LFT-D 強度向上の主要因、図 3-2.7.1.2-3 に構築した大型 LFT-D 成形設備システム、図 3-2.7.1.2-4 に LFT-D 成形技術開発の経過、を示す。

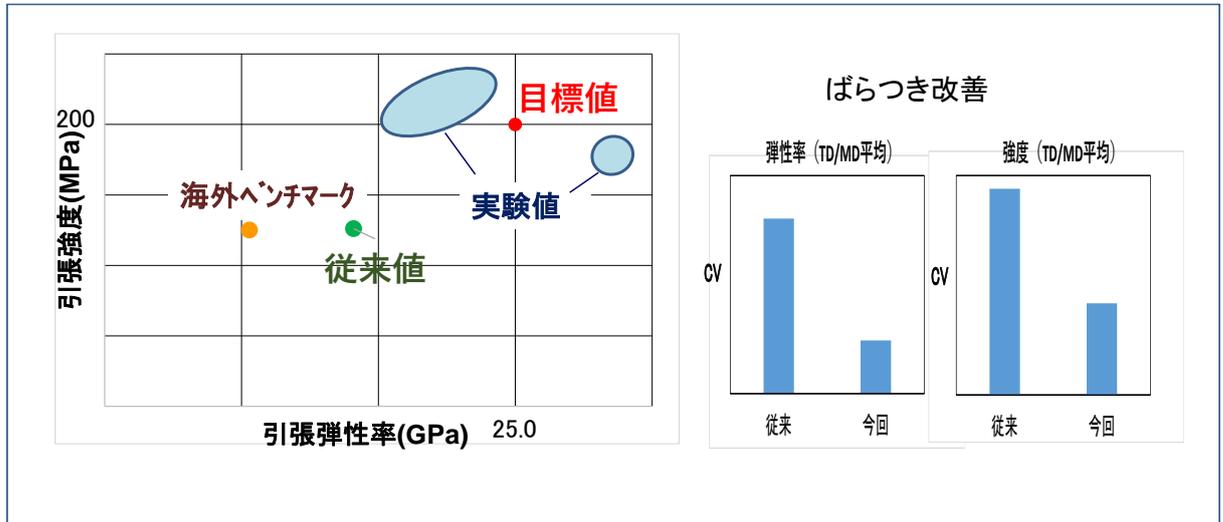


図 3-2.7.1.2-1 LFT-D 物性向上

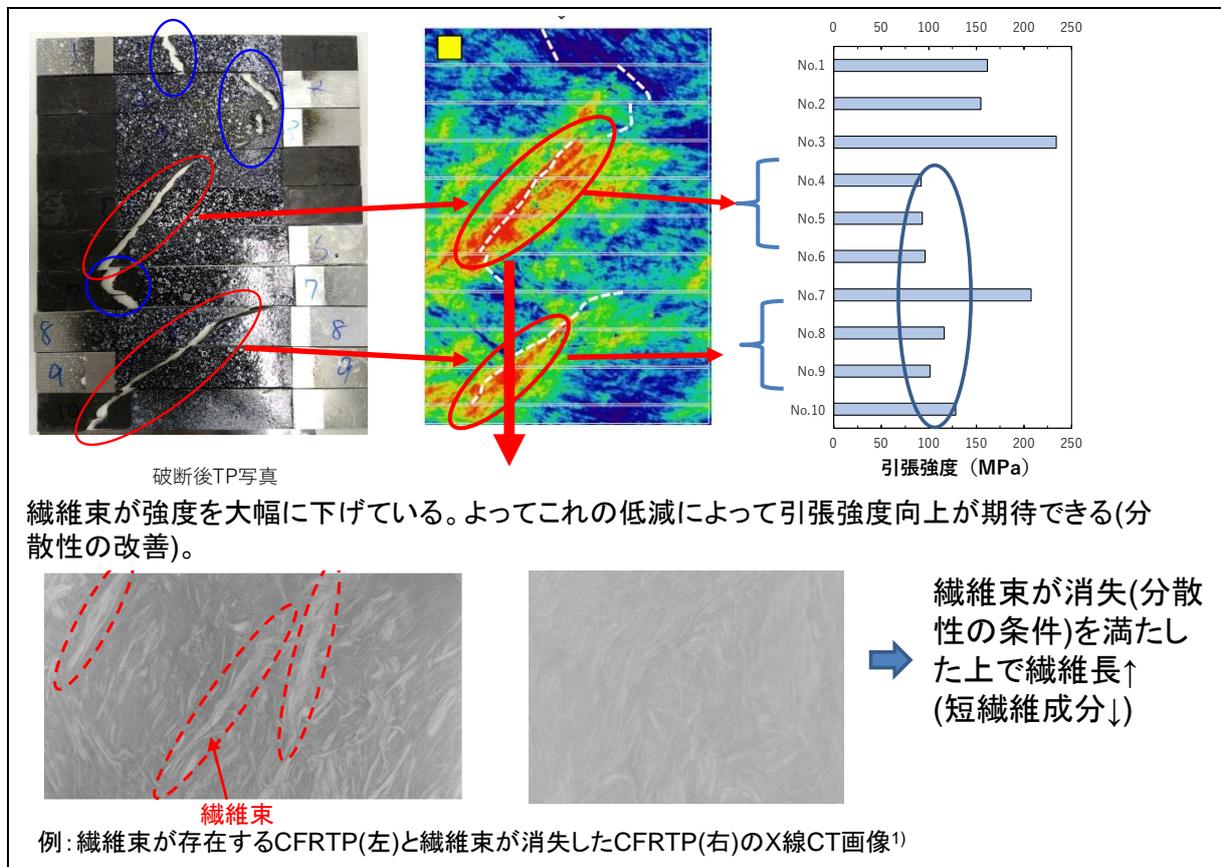


図 3-2.7.1.2-2 LFT-D 強度向上の主要因

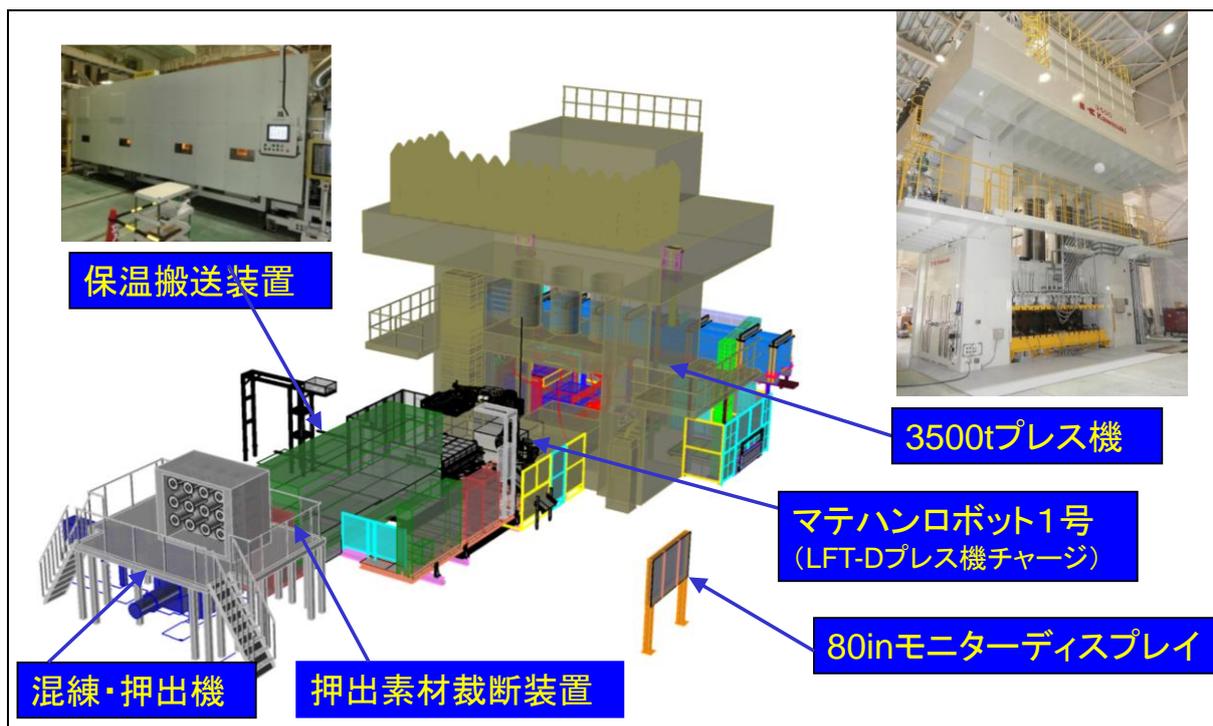


図 3-2.7.1.2-3 構築した大型 LFT-D 成形設備システム

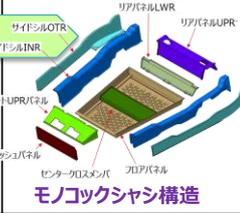
2013年度	2014年度	2015年度	2016年度	2017年度
基礎データ取得 平板形状 	課題明確化 基本技術の目処 分岐形状 	LFT-D要素技術 確立 実車模擬構造部品 	実用化の 要素技術確立 大型接合構造 	実証評価 実証評価 実用化に向けた データ整備 
ハイブリッド構造 FS LFT-D/織物補強 サイドアインナ 	構造調査 (基礎検討) LFT-D/フレークシート補強 サイドシル・クロスメンバ (フレークシート) リアパネル LFT-D薄肉構造 	構造設計・解析 金型設計・製作 物性向上のための新システム設備構築 	成形トライ 部品成形・組立 reCF適用 ハイブリッドフロア 	実証評価 (成果展示)

図 3-2.7.1.2-4 LFT-D 成形技術開発の経過

(j2) LFT-D 繊維性状の定量的評価方法の開発

LFT-D 材料開発には、繊維性状の精確な測定評価法が必須である。1・2期では、多段階希釈による繊維長分布測定法（図 3-2.7.1.2-5）、熱拡散率を応用したロックインサーモグラフィ繊維配向測定法（図 3-2.7.1.2-6）、X線回折による繊維配向測定法（図 3-2.7.1.2-7）を開発し、3・4では新たにタルボ・ロー干渉計による測定技術の研究に取組み、広域の LFT-D 成形材の繊維量分布および繊維配向の測定を効率良く評価できる技術を確立した。さらに、小角散乱画像から求めた配向分布、繊維量分布、さらに別途測定した繊維長分布を組み合わせ有限要素解析(FEM)を行い、引張特性予測方法の検討を行い基本コンセプトを得た。タルボ・ロー干渉計の原理を図 3-2.7.1.2-8 に、LFT-D 成形板のタルボ・ロー干渉計撮影画像を図 3-2.7.1.2-9 に示す

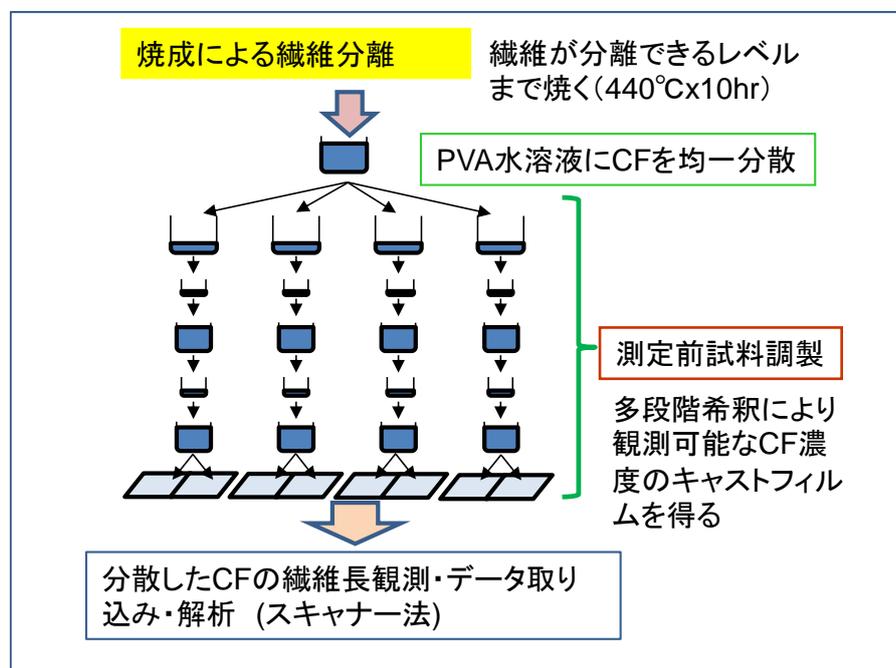


図 3-2.7.1.2-5 多段階希釈による繊維長分布測定法

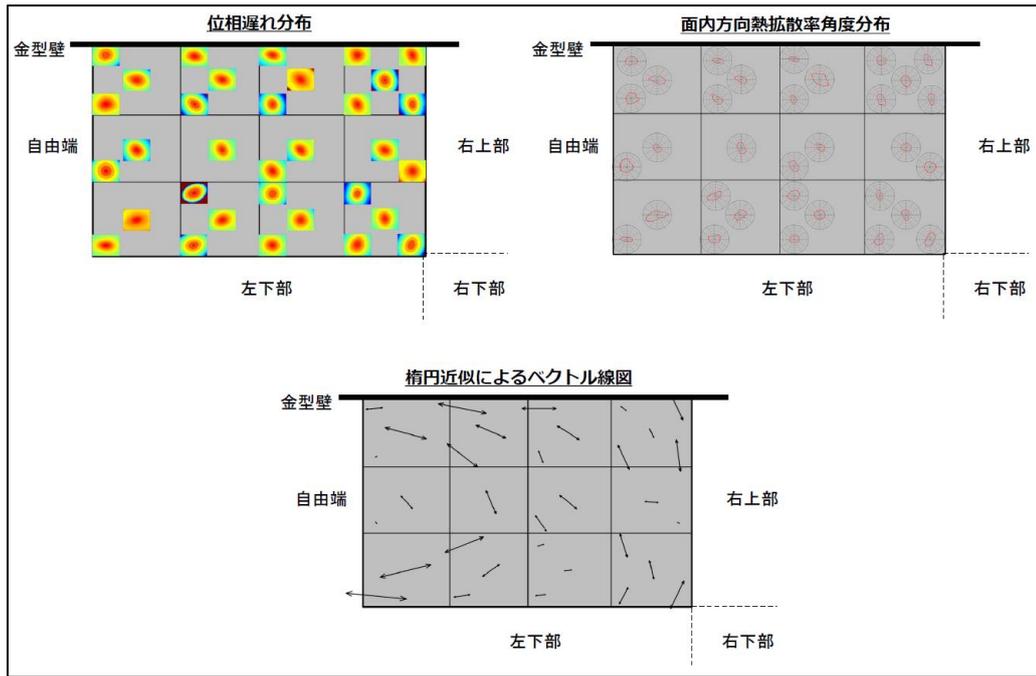


図 3-2.7.1.2-6 ロックインサーモグラフィによる繊維配向測定法

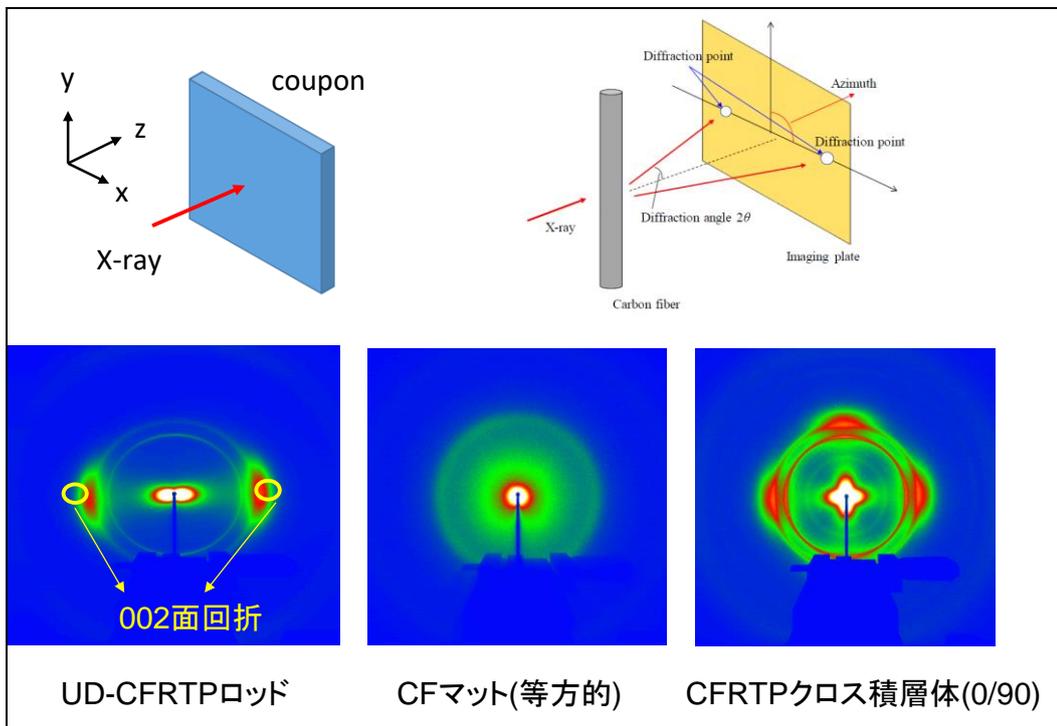


図 3-2.7.1.2-7 X線回折による繊維配向測定法

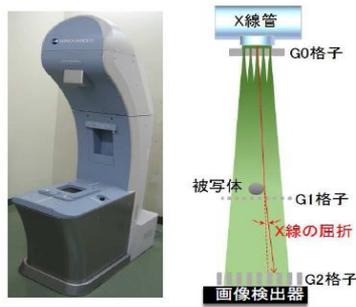


図 3-2.7.1.2-8 タルボ・ロー干渉計の原理

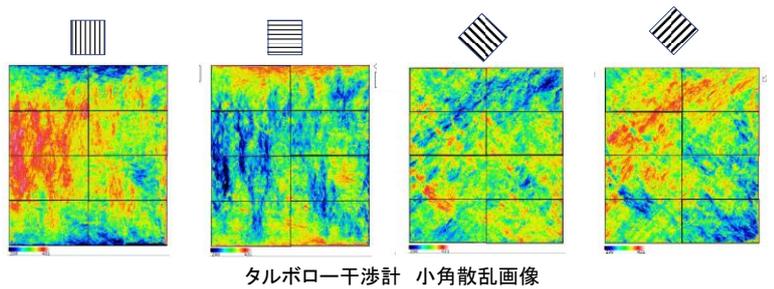


図 3-2.7.1.2-9 LFT-D 成形板のタルボ・ロー干渉計撮影画像

(j3) LFT-D 成形および設計 CAE 技術の開発

(j32) 成形 CAE 技術の開発

TIMON プログラムをベースにした LFT-D 成形シミュレーション技術について、粘度特性、No-Flow 温度、PVT 特性、熱物性特性に基づくパラメータ設定、フトン初期条件の精度向上等の改良を行い、成形トライデータにより検証した。

開発した CAE を用いて、各種大型部品のプレス成形流動解析、そり変形解析による金型設計検討、フトンチャージ位置検討、成形水準設定に応用した。フロアパネルの成形 CAE 解析の例を図 3-2.7.1.2-10 に示す。

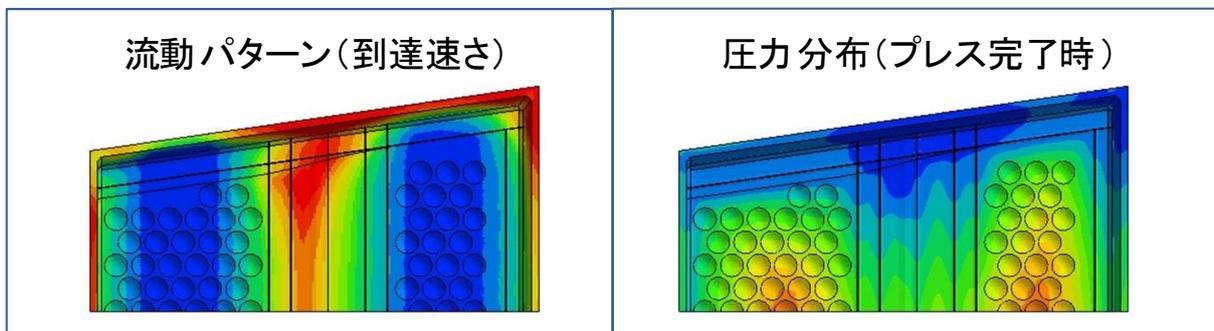


図 3-2.7.1.2-10 成形 CAE 解析の例

(j33) 設計 CAE

LFT-D は混練およびプレス成形に伴う繊維配向の異方性をもつ。従って、LFT-D 部品の最適設計を行うためには、異方性を考慮する必要がある。そのため、LFT-D 繊維配向異方性と構造解析をリンクした成形・設計連成剛性最適化 CAE のプログラムを試作し、小型平板モデルおよびハット形状モデルの要素構造にて検証解析を実施し、解析手法の妥当性を確認した。解析プロセスフローを図 3-2.7.1.2-11 に、せん断パネルでの検証解析例を図 3-2.7.1.2-12 に示す。

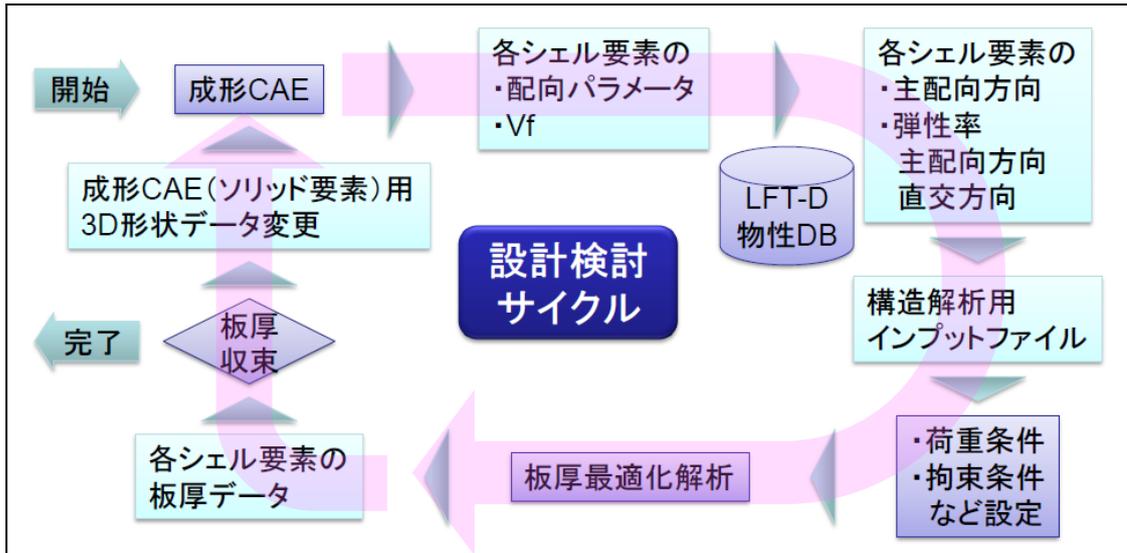


図 3-2.7.1.2-11 成形 CAE と設計 FEM との連成 CAE

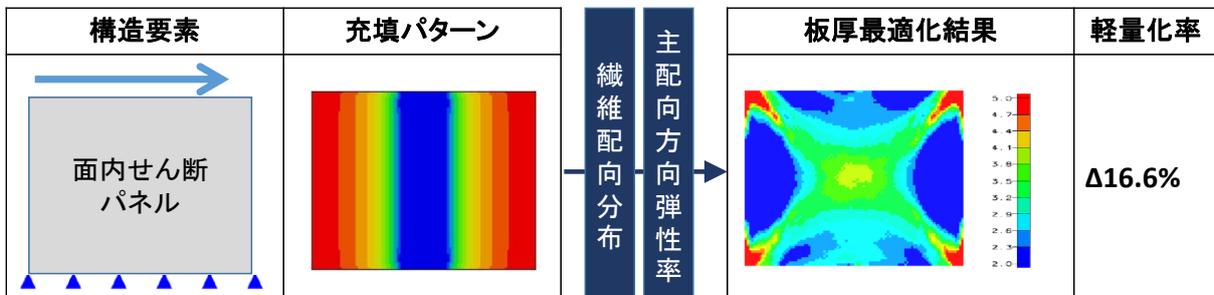


図 3-2.7.1.2-12 成形・設計連成 CAE の検証解析例

(k) 熱可塑性 CRFP マルチマテリアル成形技術の開発

(k1) その場合重合 (T-RTM) 成形ハイブリッド成形技術の開発

LFT-D だけでは強度剛性が不足する場合の対策として、力学特性の優れた補強材を必要な個所に配置して同時成形するハイブリッド成形に取り組んだ。1.2 期では補強材として熱可塑スタンプブルシートを使用し、LFT-D とのハイブリッド成形を実施したが、フタンの流動に伴う補強材のヨレの問題が生じた。マテハンの改良によりほぼ改善されたが、安定品質的には課題が残った。

これに対し、3・4 期では高速成形可能な ε-カプロラクタム PA6 その場合重合 (T-RTM) 成形により一旦補強材を金型内で成形し、それをハイブリッド成形

金型のキャビティにチャージすることで課題解決を図った。具体的には、下記の技術を確立した。

- ・ T-RTM 連続引抜成形による薄層 UD シートの成形技術および未反応モノマー除去技術
 - ・ T-RTM UD シートを素材にした薄層フレーク製作技術
 - ・ T-RTM フレークを素材にしたランダムフレーク基材製作技術
- ハイブリッド成形の概念を図 3-2.7.1.2-13 に、上記 3・4 期の開発技術について図 3-2.7.1.2-14 に示す。

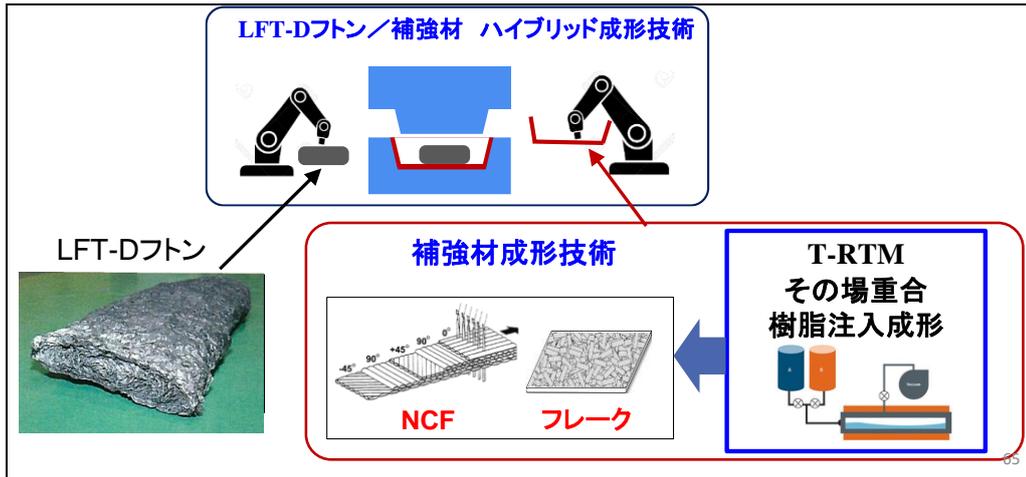


図 3-2.7.1.2-13 その場重合（T-RTM）成形補強材と LFT-D とのハイブリッド成形の概要

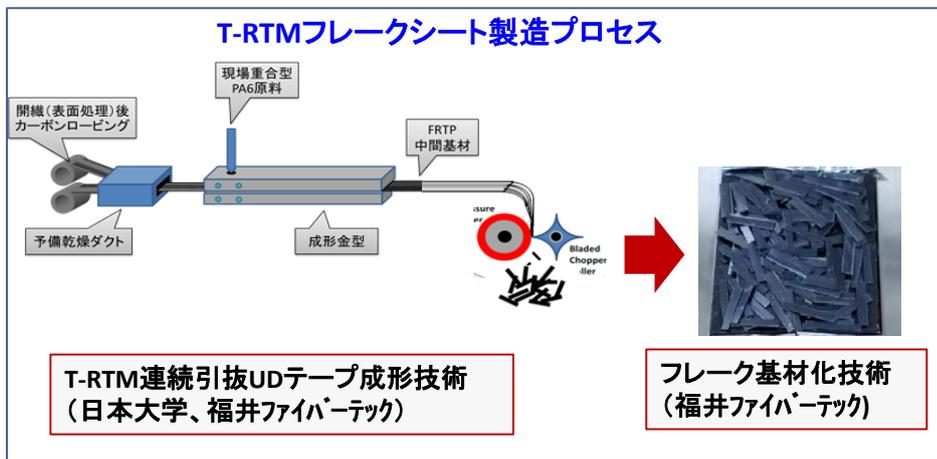
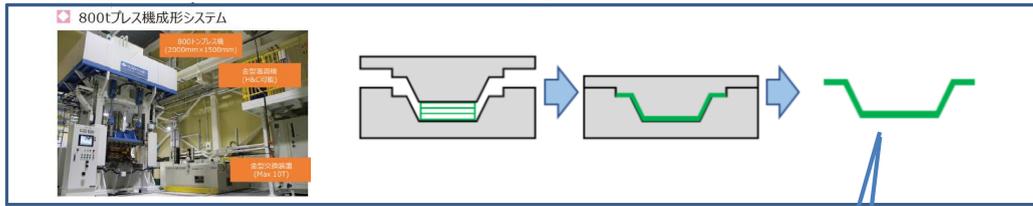


図 3-2.7.1.2-14 その場重合(T-RTM)連続成形フレーク基材化技術の概要

(k12) ハイブリッドフロアパネルの試作

クロスビーム成形およびクロスビーム/LFT-D ハイブリッド成形フロアパネル試作を行い、フルパックの良品を得た。工程の概要を図 3-2.7.1.2-15 に示す。

クロスビーム成形



ハイブリッド成形

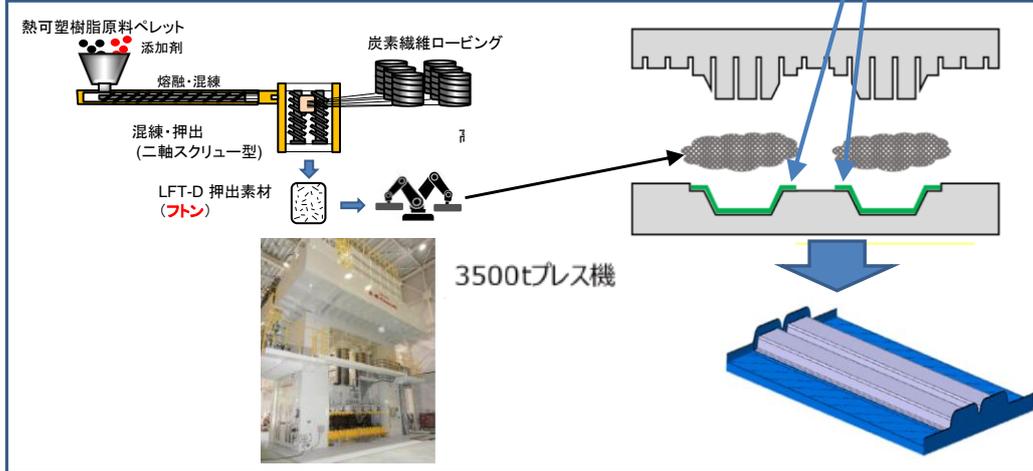


図 3-2.7.1.2-15 T-RTM クロスビーム/LFT-D ハイブリッド成形の概要

(k2) ハイブリッド高速成形マテハン技術の開発

T-RTM 用の 800 トンプレス機の設置、樹脂注入機 (RTM/T-RTM) その他付帯設備の設置を行った。(図 3-2.6.1.2-16)。また予熱機能アタッチメントをもつハイブリッド成形マテハンを構築した。本設備を用いてマルチマテリアル T-RTM 成形部品の試作を実施した。



図 3-2.7.1.2-16 800 トンプレス機システムの構築

(k3) LFT-D ハイブリッド構造設計技術の研究

① 概要

既存スチール製フロア構造に対し 45%軽量化を目標として、プロジェクト開発技術を投入した熱可塑性 CFRP (CFRTP) 構造への置換設計を行い、軽量化効果を確認するとともに、上記設計を反映した部材試作による成形性と衝突安全性の評価を行った。投入した開発技術は、その場重合成形(T-RTM)技術、T-RTM/LFT-D ハイブリッド成形技術および超音波溶着接合技術である。図 3-2.7.1.2-17 に置換設計対象構造を示す。

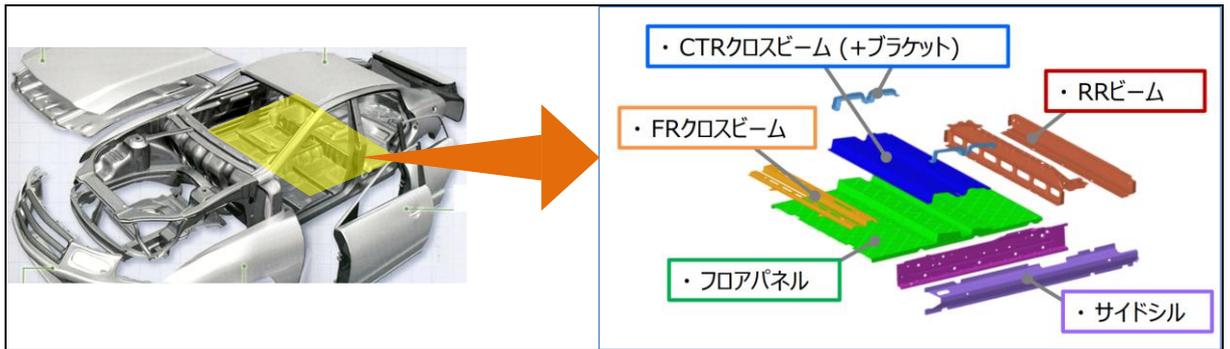


図 3-2.7.1.2-17 置換設計対象構造（フロア部位）

② 構造様式の検討

下表に課題項目に対する方策と軽量・低コストの狙いを示す。

課題	方策/投入技術	狙い
軽量化	・強度部材(ビーム、サイドシル)に高強度・高流動性T-RTMフレークシート材を使用	・流動成形自由度を生かした板厚徐変最適化
剛性確保	・フロアパネルにLFT-D格子リブ様式の採用	・パネル剛性付与、成形反り抑制、 ・クロスビーム圧縮強度確保
低コスト化	・T-RTM/LFT-Dハイブリッド成形	・一体化による部品点数削減
	・超音波溶着ロボット接合	・スポット溶接並みの効率性

③ 置換材料・成形・接合法

下表に各部材について、置換材料、成形法および接合法を示す。

置換部品	置換材料	成形法		接合
パネル、ブラケット	LFT-D(一体化)		T-RTM/LFT-D ハイブリッド成形	超音波溶着 接合
ビーム	T-RTMフレーク シート	プレス成 形		
サイドシル	T-RTMフレーク シート	プレス成形		

④ 結果

上記検討の結果、下記の成果を得た。

- ・モデル構造と捩じり剛性等価の条件でフロアパネルの構造最適設計を行い、軽量化目標を達成した。また部品点数約半減の成果を得た。
- ・構造設計を模擬したハイブリッド成形フロアパネル構造を試作し、良品を得た。(図 3-2.7.1.2-18)
- ・ロボットシステムによるフロアパネルとサイドシルとの超音波溶着接合構造を試作し、良品を得た。(図 3-2.7.1.2-19)
- ・同試作構造の衝突模擬試験を行い、衝突安全性を確認した。

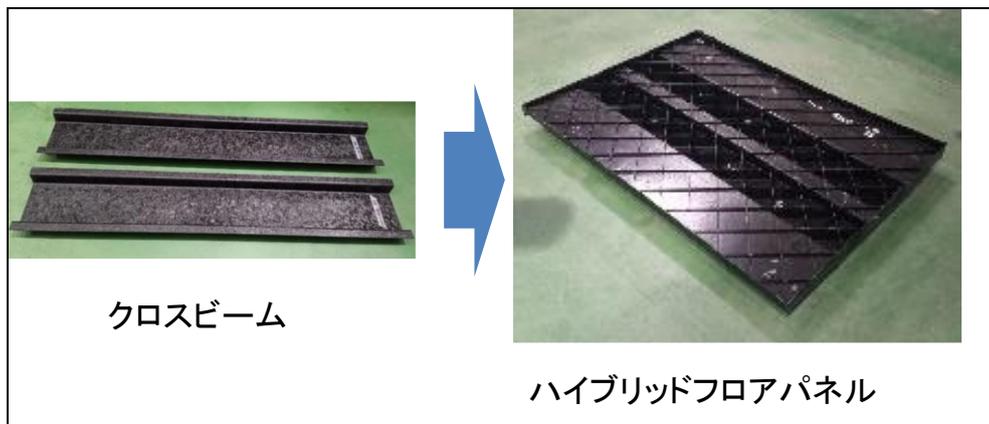


図 3-2.7.1.2-18 成形されたクロスビームとハイブリッド成形フロアパネル

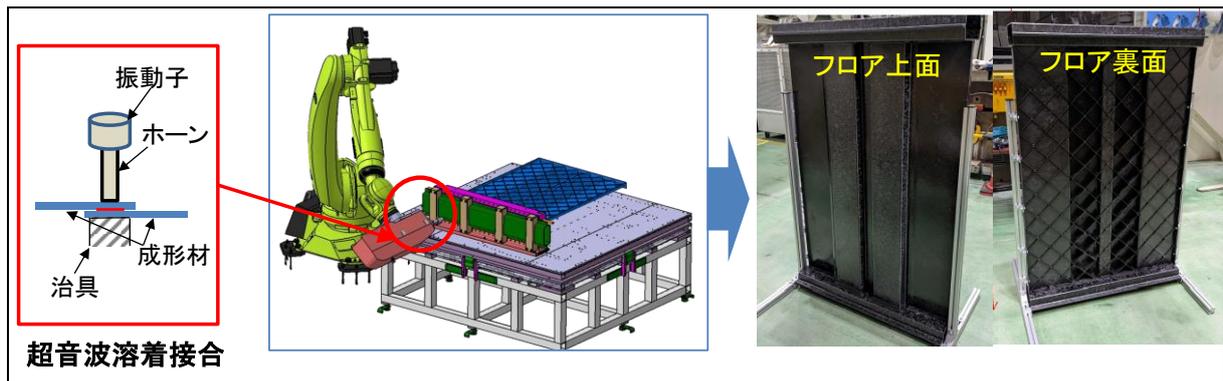


図 3-2.7.1.2-19 ハイブリッドフロアパネルとサイドシルとの超音波溶着接合構造

- (I) 熱可塑性 CFRP 評価・解析技術の開発
- (II) 熱可塑性 CFRP の材料特性評価技術の研究
- (III) タルボ・ロー干渉計による LFT-D 成形材の材料特性解明 (名古屋大学グループ)

CFRP 積層材に対しタルボ・ロー干渉計による LFT-D 成形材の繊維配向分布、繊維分散の定量化手法を検証した。また CFRP 中のボイドがタルボ・ロー干渉計画像に与える影響の定量化を行った。(図 3-2.7.1.2-20)

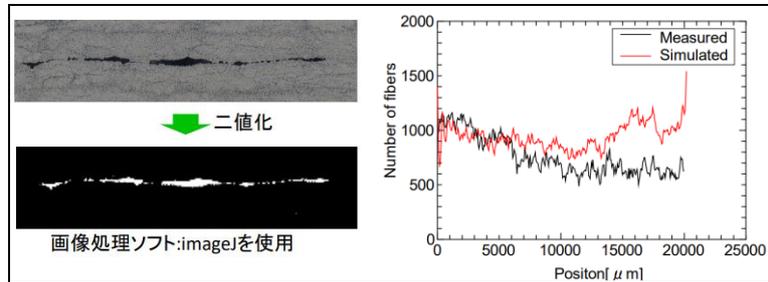


図 3-2.7.1.2-20 タルボ・ロー干渉計を用いた CFRP の繊維方向評価

(112) 熱可塑性 CFRP の材料特性予測技術の研究

(1121) 理論式による強度予測

引張特性発現メカニズムについて、三次元 X 線 CT 画像解析により V_f や配向テンソルの分布を定量化、力学特性理論モデルを検証し、実験値との比較・検証を行った。(図 3-2.7.1.2-21) また、繊維配向度によって圧縮強度を予測する理論モデルを構築し、実験値との比較・検証を行った。さらに、樹脂単体の高速引張試験によって、PA6 樹脂および LFT-D 試験片の引張特性の速度依存性を明らかにした。

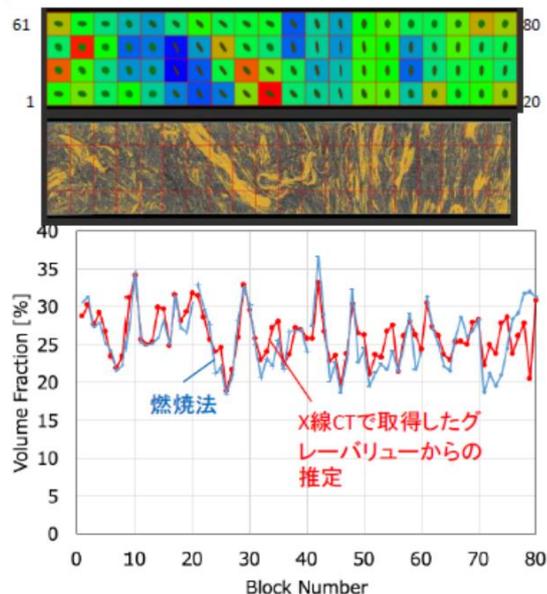


図 3-2.7.1.2-21 X 線 CT によるグリッド毎の配向テンソルと

(1122) 熱可塑性 CFRP の不確定強度モデル・成形モデルの確立

X 線 CT 画像より繊維と樹脂の配置を明確に捉えたミクروسケールモデルを

構築し有限要素法によるマイクロスケール破壊シミュレーションを実施した。マイクロスケール破壊シミュレーションにより、繊維方向と荷重方向と最大強度の関係性のデータが得られ、全体領域モデル・単位領域モデルとも定性的な一致が見られた。(図 3-2.7.1.2-11)

設定した不確定性強度モデルは、全体領域のマイクロスケール有限要素モデルの計算結果と照合することで、その有効性を検証した。また、LFT-D 材料の疲労強度評価法を検討した。

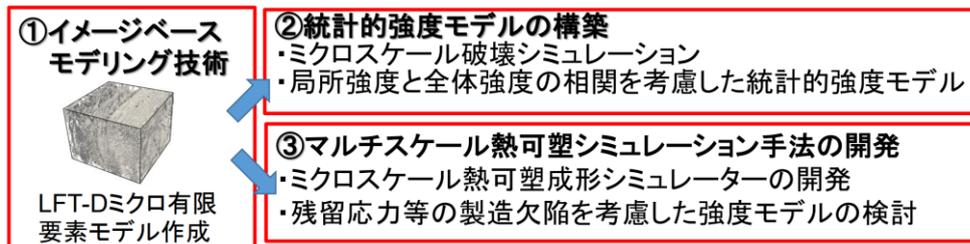


図 3-2.7.1.2-22 ミクロスケール破壊シミュレーションの概要

(123) マルチスケールシミュレーションモデルによる強度予測

内部構造、繊維長、配向特性等が場所毎に異なる LFT-D の X 線 CT 画像をもとに、画像処理ソフトウェア Avizo (Thermo Fisher Scientific 製) を用いて画像解析を行い、輝度値フィッティングを適用した結果から、3 段階のマルチスケールモデルを検討した。LFT-D は各スケールにおいて特徴的な内部構造を有していると考え、部構造を再現した幾何モデルを構築した。図 3-2.7.1.2-23 に LFT-D のマルチスケールモデルを示す。各スケールの幾何モデルを使用し、均質化法などのマルチスケール解析により LFT-D の力学特性シミュレーションを実施、検証した。

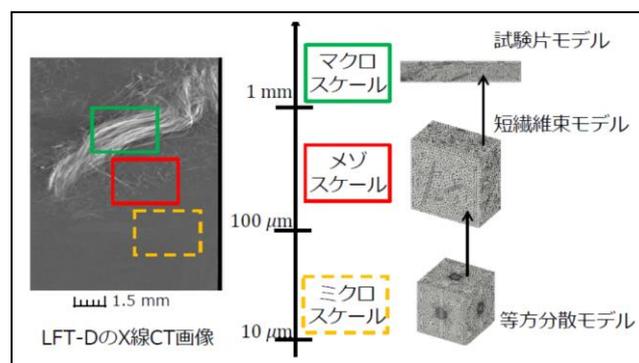


図 3-2.7.1.2-23 LFT-D マルチスケールモデル

(13) 熱可塑性 CFRP の試験法標準化の研究

疲労特性は、静的特性との相関性確認、静的強度に対する比率として評価することが可能であり、また応力比の影響については、疲労限度線図において評価することが可能であり、従来指標の修正 Goodman 線図が適用できることが

確認された。さらに、・AEを用いた四点曲げ疲労試験における破壊起点、疲労亀裂の進展経路を観察し、LFT-D材の疲労破壊メカニズムの解明を行った。また温度依存性を測定し、その影響を評価する指標を見出した。

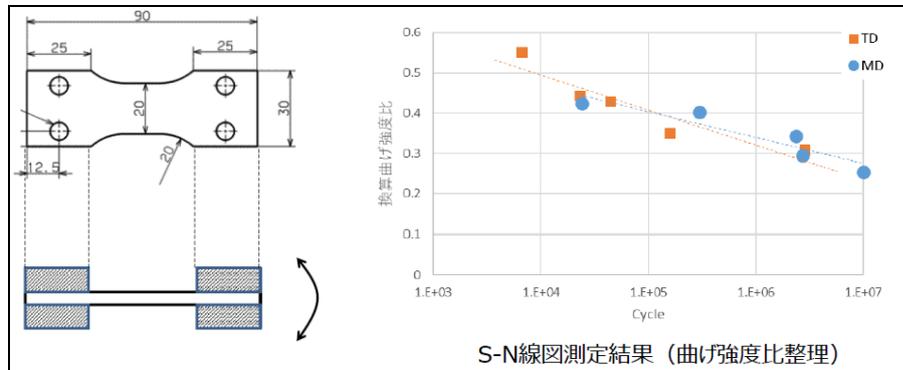


図 3-2.7.1.2-24 LFT-D 疲労評価

(m) 自動車向リサイクル CF 適用化技術の開発

本項目では下記を目標とし取り組んだ。

- ・ LFT-D 要件を満たす高品位な過熱水蒸気処理 CF 回収技術の開発
- ・ 回収 CF のフラグメンテーション試験法評価技術の開発
- ・ 回収 CF の LFT-D 成形技術の開発

対象とする CFRP 廃材としては、航空機 CFRP および LFT-D 工程内廃材に加え、燃料電池車用の水素タンクを追加対象とした。航空機は 20 数年の寿命を終えた機体が今後続々と退役する。水素タンクは、現状多量の工程内廃材の問題に加え、圧力容器の寿命を迎える 2030 年代には大量に用廃になる。それらの廃材の再利用は喫緊の課題である。

CFRP 廃材からの過熱水蒸気法による CF 回収、回収 CF の評価および回収 CF の LFT-D 成形に至る技術開発の全体概要を図 3-2.7.1.2-25 に示す。

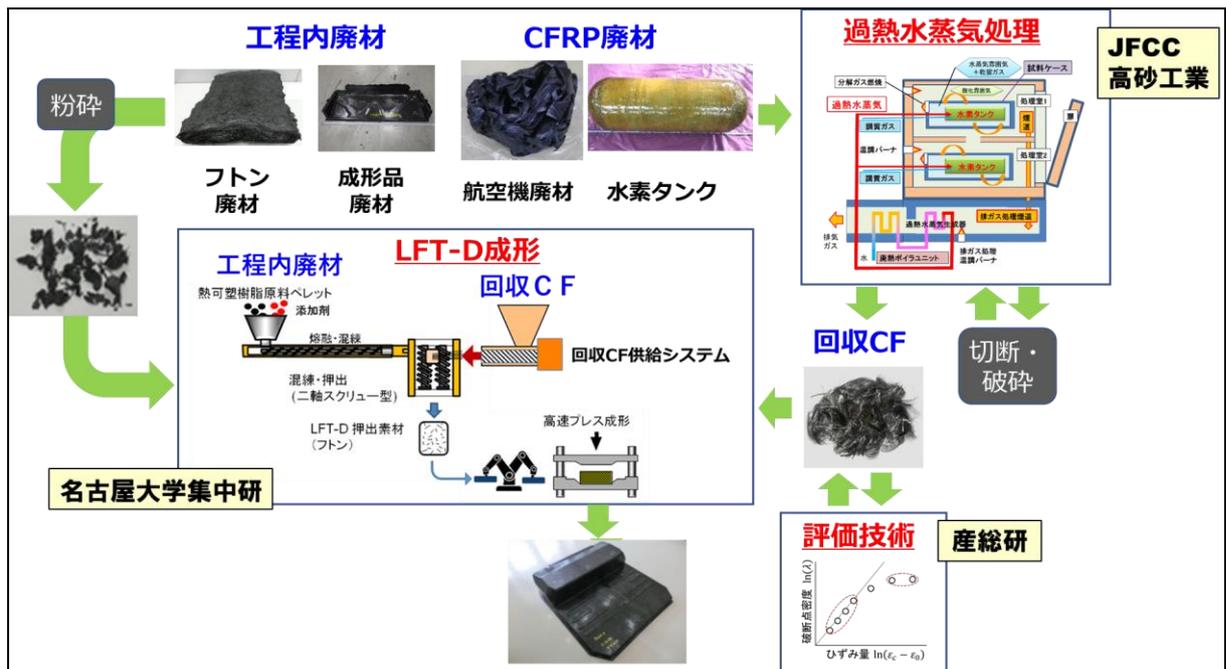


図 3-2.7.1.2-25 CFRP リサイクル技術開発の概要

(m1) リサイクル炭素繊維回収技術の開発

(m11) 過熱水蒸気による CF 回収プロセスの開発

CFRP 水素タンクは大型かつ肉厚のため、その状態で破碎や切断等を行うのは困難であることから、一旦、過熱水蒸気のみで処理（1次処理）して樹脂の大部分を除去し、脆性化した材料を破碎して、酸素を含む過熱水蒸気で処理（2次処理）して樹脂残渣を除去する方法を開発した。また新設処理炉の仕様検討～導入、CFRP 水素タンク廃材の処理プロセスの開発、航空機 CFRP 廃材の処理条件検討を実施した。

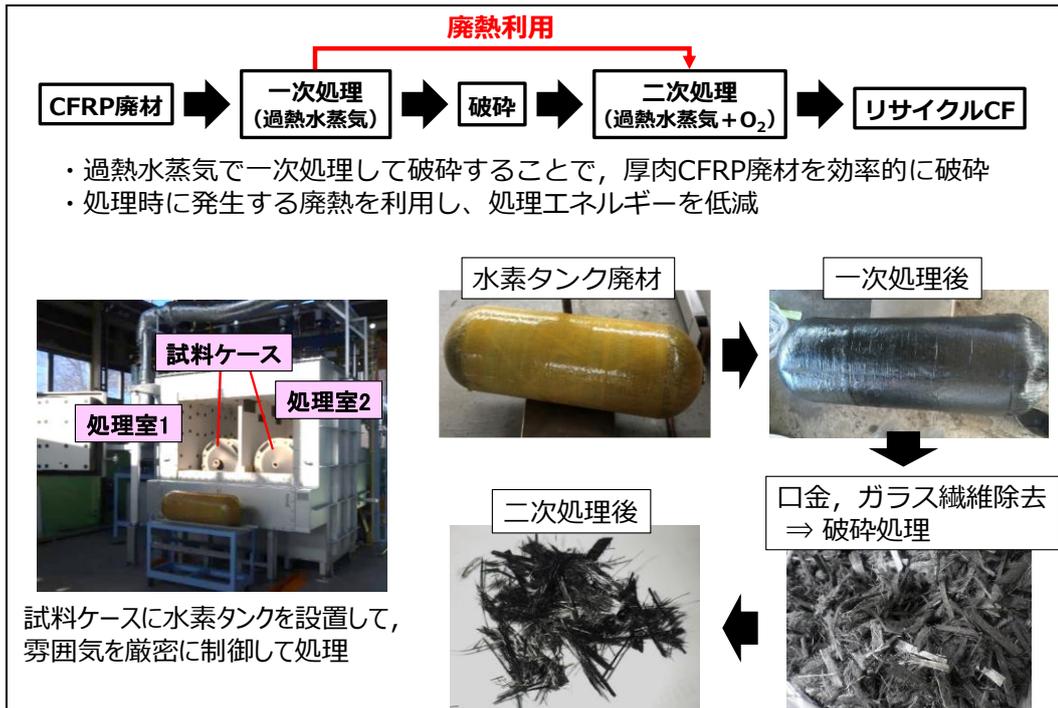


図 3-2.7.1.2-26 水素タンク廃材からの炭素繊維回収プロセス

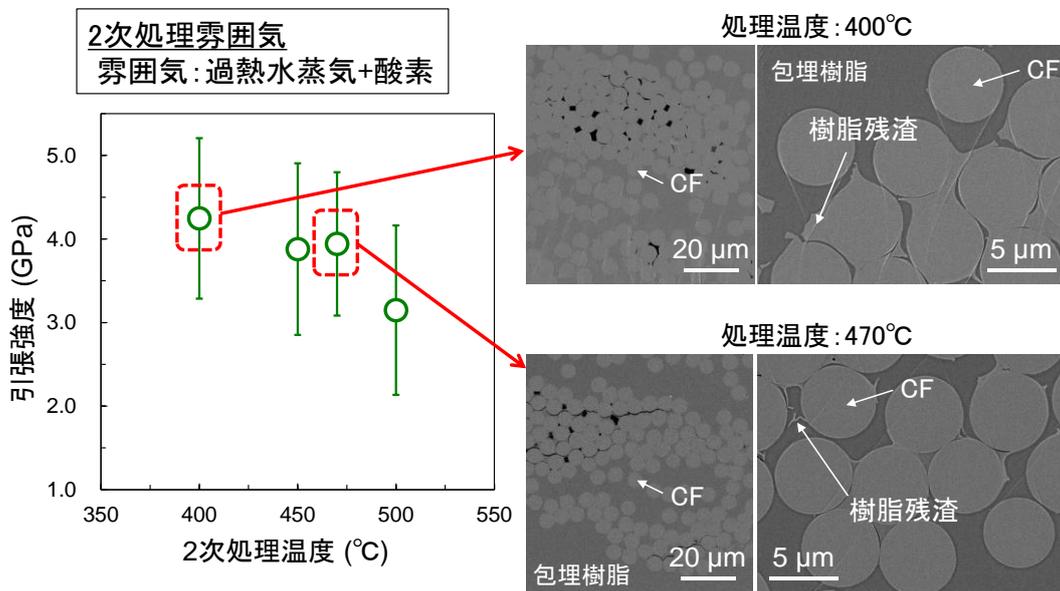


図 3-2.7.1.2-27 水素タンク廃材から回収した炭素繊維の特性

(m12) フラグメンテーション試験による回収 CF の物性評価

炭素繊維の引張特性と界面せん断強度を同時に評価可能な新フラグメンテーション試験・解析手法を開発した。本手法は、適切な試料作製により不連続繊維にも適用可能であることを実証し、回収 CF の新評価法として確立した。課

題として挙げられていた試料作成・評価の効率化のため、試験自動測定法を構築した。暗視野観察を導入することにより、破断点の認識が容易になり、破断点計測に要する労力を大幅削減できた。(図 3-2.7.1.2-28)

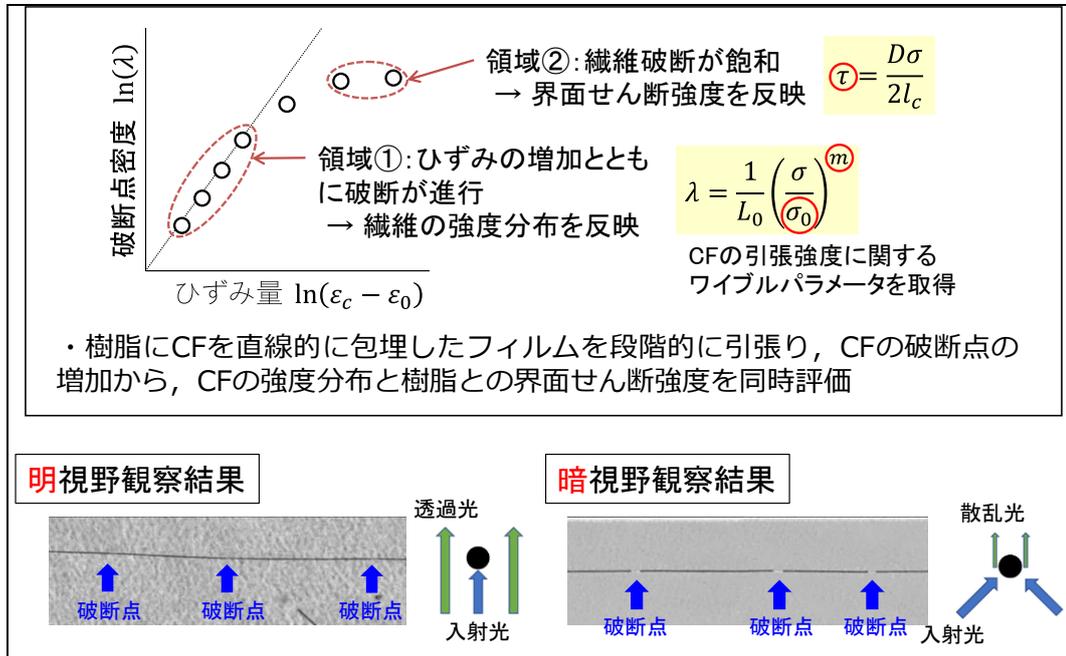


図 3-2.7.1.2-28 炭素繊維の引張特性と界面せん断強度を同時評価可能な新フラグメンテーション試験法

(m2) リサイクル炭素繊維の LFT-D 適用技術の研究

リサイクル CF は綿状でかさ密度が極小さい。そのため、2 軸押出機に材料を安定的供給にする装置システムが課題である。

これに対し、新たに、時間当たり一定量を供給する重量フィーダーと、材料を 2 じく押出機に強制的に送り出すサイドフィーダを構築した。これを用いてリサイクル CF による供給実験を行い、装置改良を経て、最適な制御プロセスを確立した。またフトンおよび成形材破砕材の再成形トライを実施し、物性を評価した。工程内廃材を含むリサイクル CF の LFT-D 成形の概要を図 3-2.7.1.2-29 に示す。

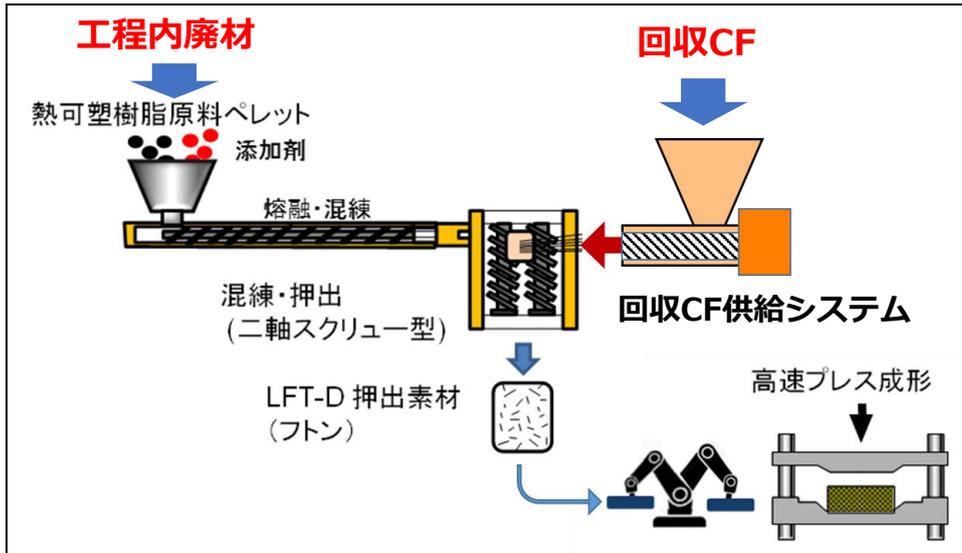


図 3-2.7.1.2-29 リサイクル CF の LFT-D 成形技術

さらに LFT-D 工程内廃材（フトン廃材および成形品廃材）を破碎した材料を用いて混練再成形し，バージン材の 60-80% の力学特性を発現することを確認した。（図 3-2.7.1.2-30）

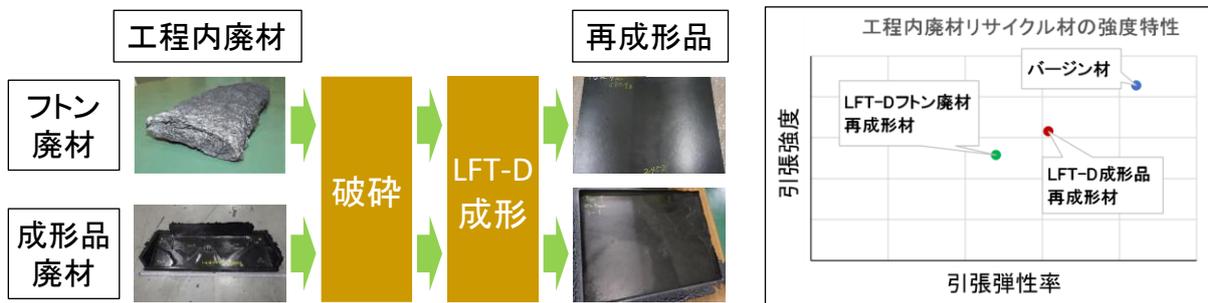


図 3-2.7.1.2-30 LFT-D 工程内廃材の成形技術

(m23) LCA データ取得

CF 回収工程および LFT-D 成形工程における LCA データを取得、評価した。また低 LCA のための連続工程のコンセプトおよび低減効果を確認した。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.7.1.2-2 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	0	0	25	1	0	8	1	0	3
2014FY	2	0	16	12	0	3	2	0	4
2015FY	1	0	13	2	0	1	4	0	5
2016FY	3	0	20	4	1	3	4	1	2
2017FY	3	0	20	11	1	4	6	0	4
2018FY	1	0	24	7	0	3	9	0	4
2019FY	1	2	30	2	0	2	5	0	3
2020FY	3	0	19	0	0	1	5	0	4
2021FY	3	0	19	1	0	0	6	0	6
2022FY	2	0	2	1	0	1	6	0	3
合計	19	2	188	41	2	26	48	1	38

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取組み（戦略に沿った取組み、取得状況）

表 3-2.7.1.2-3 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	2	0	0
2016FY	4	0	2
2017FY	5	0	4
2018FY	1	0	4
2019FY	0	0	0
2020FY	1	0	0
2021FY	3	0	0
2022FY	0	0	1
合計	16	0	11

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.7.2 [テーマ番号 27B] 「リサイクル炭素繊維の評価技術開発」 (2019年度～2022年度)

2.7.2.1 テーマの概要

(1) 背景と目的

2015年に国連で採択された持続可能な開発目標（SDGs）の目標12『つくる責任つかう責任』では、12-4：製品ライフサイクルを通じたすべての廃棄物の環境に配慮した管理、12-5：発生防止、使用量削減、リサイクル、再利用による廃棄物排出量の削減、等の取組を通じて、持続可能な消費と生産のパターンを確保することを目標として掲げている。また、循環経済の実現に向けて、資源の効率的な利用により最大限の付加価値を生み出す経済政策としての資源循環に関する取り組みも始められている。

軽量で丈夫なCFRPは、輸送機器の軽量化に伴う燃費向上により、温暖化ガス排出量削減を実現させるための有望な素材である。一方、炭素繊維は製造時に多くのエネルギーを投入しているため、リサイクルプロセスを確立することにより、ライフサイクル全体のエネルギー原単位の低減を図ることが求められている。CFRPのリサイクルでは、マトリックスを除去し、回収される炭素繊維を再度強化繊維として循環利用するプロセスの確立が必要である。炭素繊維の取り出しにおいては、炭素繊維へのダメージを最小にしながらマトリックスを除去することが求められ、熱分解法、溶解法、電解酸化法、粉砕等の手法を用いた研究開発が国内外で行われている。特に熱分解法は有望で、実用に近い規模での開発が進められている。

リサイクルされた炭素繊維の再活用を促進させるためには、多様なリサイクル炭素繊維の品質を客観的に評価できる基盤を整備することが必要である。しかしながら、既存の炭素繊維関連の評価法は、新品の炭素繊維の性状を前提としており、リサイクル炭素繊維の品質評価を行うには不十分であった。

本テーマでは、CFRPから回収されたりサイクル炭素繊維の平均的機械特性や各種不純物の評価分析手法を開発し、リサイクル炭素繊維の品質評価法を確立することを目的とする。簡便・効率的に精度よく評価を行うことのできる手法として確立することを目指して、種々の評価手法の開発を行った。

(2) 目標値

表 3-2.7.2-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第1中間目標 (2015年度末)	第2中間目標 (2017年度末)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
リサイクル炭素繊維の平均的機械特性の簡易評価手法の開発 (2019～2022年度)			リサイクル炭素繊維の平均的な機械特性を効率的に評価するための評価試料の作製手法を	多様なリサイクル炭素繊維に対応する機械特性評価解析手法を開発し、種々の実サンプル

			確立し、評価解析手法を開発する。	への適用可能性を検証する。
リサイクル炭素繊維中の不純物の分析技術の開発 (2019～2022年度)			リサイクル炭素繊維中に含まれる残渣類を同定・定量するための評価手法および不純物元素分析の原理手法を確立する。	リサイクル炭素繊維中に含まれる残渣類を定量し、後段のリサイクルプロセスで炭素繊維として活用できるかを評価する手法を開発する。回収された炭素繊維中に含まれる不純物元素の分析法を確立する。

(3)全体計画

リサイクル炭素繊維の機械特性の評価に関しては、配向を揃えた繊維束を用いた引張試験法に基づく評価法を開発を行う。リサイクル炭素繊維からの適切な配向繊維束試験片の作製法、引張試験実施方法、評価解析手法を開発し、リサイクル炭素繊維の平均的機械特性を評価する手法を確立する。また、配向繊維束にマトリックスとなる樹脂を含浸させた複合材料を用いて、界面特性を評価する手法を開発する。

不純物分析法としては、炭素残渣の簡易・高精度分析法として、炭素繊維と炭素残渣の反応性の差異を利用した定量手法の開発を進める。また、環境規制への対応および素材評価の両面から求められる各種不純物元素の混入量の分析法として、ICP-MS法を検出手段とし、リサイクル炭素繊維に適した前処理法を開発することで、幅広い不純物元素を簡便かつ一斉定量する分析法を開発する。

(4)実施体制

産業技術総合研究所 マルチマテリアル研究部門（テーマリーダー、機械特性評価）

産業技術総合研究所 環境創生研究部門（不純物分析）

再委託：京都大学工学研究科機械理工学専攻 北條正樹 教授（2020～2021年度、機械特性評価）

再委託：早稲田大学ナノ・ライフ研究機構 加茂徹 上級研究員（2021～2022年度、不純物分析）

(5)運営管理

産業技術総合研究所マルチマテリアル研究部門（中部センター）および産業技術総合研究所環境創生研究部門（つくば西事業所）において、それぞれ機械特性評価手法開発と不純物分析技術開発を進めた。平均して2か月に1回程度の頻度で、双方を訪

問あるいはウェブ会議で、各担当課題の進捗状況および課題等の共有、意見交換、議論を行った。各再委託先とも、同程度の頻度で、訪問あるいはウェブ会議により、進捗状況および課題等の共有、意見交換、議論を行った。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

CFRPは軽量構造材料として年率12%以上の成長を期待されており、2030年時点で、リサイクル材の活用市場としても1,000億円規模となることが予想されている。本開発によりリサイクル炭素繊維の評価技術を確立し、標準化等を通じて評価基盤を整備することにより、リサイクル炭素繊維市場の拡大に貢献する。

2.7.2.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.7.2-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
リサイクル炭素繊維の平均的機械特性の簡易評価手法の開発	多様なリサイクル炭素繊維に対応する機械特性評価解析手法を開発し、種々の実サンプルへの適用可能性を検証する。(2022年度)	繊維束を用いた引張試験、繊維束に樹脂を含浸させた複合材料の90°引張試験による界面強度試験、短繊維を配向させた複合材料の引張試験からの繊維特性抽出法を開発し、様々な状態のリサイクル炭素繊維の機械特性評価解析手法として確立した。	○	
リサイクル炭素繊維中の不純物の分析技術の開発	リサイクル炭素繊維中に含まれる残渣類を定量し、後段のリサイクルプロセスで炭素繊維として活用できるかを評価する手法を開発する。回収された炭素繊維中に含まれる不純物元素の分析法を確	回収された炭素繊維を空気中で加熱すると、300～500℃までは炭素残渣が、それ以上の温度では炭素繊維が酸化する。450～500℃の範囲加熱した際の重量変化から、残留する炭素残渣の含有割合を算出する手法を確立した。不純物元素の揮発性に	○	

	立する。(2022年度)	応じた分析前処理法としてマイクロ波分解法および熱分解法を開発し、誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)による多種類の元素の一斉検出法と組み合わせ、回収された炭素繊維中に含まれる不純物元素の分析法を確立した。		
--	--------------	---	--	--

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

(2)-1 リサイクル炭素繊維の平均的機械特性の簡易評価手法の開発

(2)-1-1 配向炭素繊維束を用いた平均的機械特性評価技術の開発

(2)-1-1-1 緒言

新品に比べてばらつきが大きいことが懸念されるリサイクル炭素繊維の力学特性を効率的に評価するための手法として、繊維の束を用いた引張試験を用いることを検討した。リサイクル炭素繊維では、繊維の長さには制約があることも多いため、できるだけ短いゲージ長で精度良い試験を実施するための実験上の課題の解決に取り組んだ。また、繊維束引張試験のデータ解析法を改良し、繊維間の摩擦の影響を考慮することで、より妥当な繊維強度分布を得る手法を開発した。新品の繊維を用いて実験手法を構築し、実際のリサイクル炭素繊維にも適用して、適用可能性の検証を行った。

(2)-1-1-2 新品炭素繊維を用いた繊維束の引張試験方法の開発

(2)-1-1-2-1 実験

① 材料

試験手法の確立に当たっては、12,000本の繊維からなる新品の炭素繊維束(T700S、東レ)を用いた。新品の炭素繊維束には糸束を収束させるためのサイジング剤が塗布されているが、本開発では繊維配向を乱さないようにするためそのまま用いた。測定系の伸びの補正に関して検討するため、繊維を半分に割いた約6,000本の炭素繊維束も用いた。

炭素繊維束の断面積は、線密度(基準長さあたり質量)を繊維密度で割ることで計算した。線密度は繊維束を30cm切り出し、その重量から計算した。繊維密度はメーカー公表値を用いた。

② 繊維束引張試験片の作製

繊維束の引張試験を適切に実施するには、すべての繊維に同時に荷重を加えること

および繊維束が切断しないように把持することが必要である。これらを実現するため、繊維束引張試験片として、**図 3-2.7.2-1** に示すような両端がタブで固定された試験片を作製した。まず、厚さ 0.5 mm の厚紙を 20 mm × 60 mm と 5 mm × 60 mm にカットして台紙とスペーサーを準備した。続いて、台紙の上にスペーサーを固定して、エポキシ系接着剤(セメダインスーパー、セメダイン)を塗布した。その後、繊維がまっすぐになるよう台紙上に設置して、繊維束の上から接着剤をさらに塗布して台紙で上から蓋をした。タブとタブの間の距離をゲージ長とする。今回、ゲージ長 10 mm、50 mm、100 mm、150 mm のものを作製し、試験に用いた。

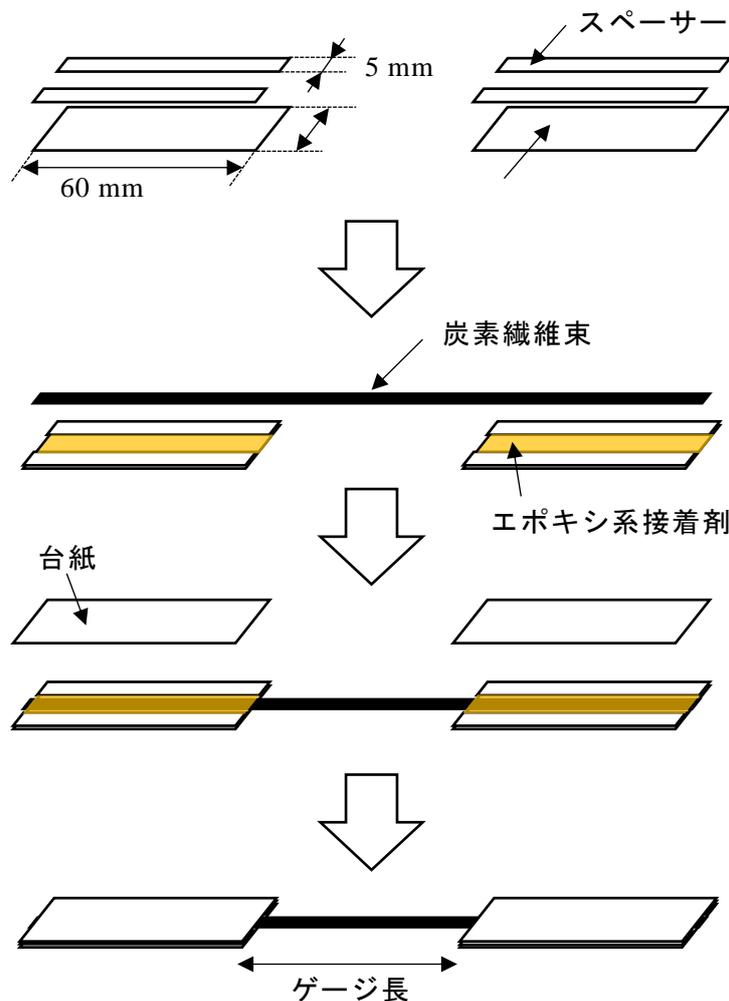


図 3-2.7.2-1 試験片の作製方法

③ 繊維束引張試験

繊維束の引張試験は万能試験機(AG-Xplus 10KN、島津製作所)を用いて行った。クロスヘッド速度はゲージ長さに対して 1%/min となるようにした。

引張試験は空気式グリップを取り付けた引張試験機(オートグラフ、島津製作所)を用いて実施した。引張試験機で試験片に加わる荷重を精度良く測定できるのに対して、試験機の表示変位は試験片の伸びに加えて測定系の伸びが加わるため、荷重と比較して精度良く測定できない。そのため、高精度な測定が要求される場面では別途伸

び計等を取り付けて測定することが一般的である。しかし、繊維束の試験片の場合は、繊維束が伸び計のナイフエッジで切断されてしまうため、伸び計の使用はできない。そのため、繊維のひずみを計算するために試験片以外の測定系の伸びを補正する必要がある。測定系の伸びは使用装置によって決まる装置剛性に支配されるだけでなく、つかみ具自体の変形やつかみ具に試験片を把持させた場合の引張軸に対する荷重軸周りの回転や荷重軸のずれも影響する。今回予備実験としてこれらの測定を行い、補正する変位ができるだけ小さくなるように治具の選定、セッティングをした。また、試験片のアラインメントについては、設置する際に下部のタブに重りを吊り下げて糸軸と引張軸とを一致させることで確保した。

④ 単繊維引張試験

紙で作製した台紙に炭素繊維を張り付けることによって図 3-2.7.2-2 に示すようなゲージ長さ 10 mm 単繊維引張試験片を作製した。単繊維引張試験は 10N ロードセルを装着した引張試験機(EZ-SX、島津製作所)を用いて実施した。クロスヘッド速度はゲージ長さに対して 1%/min とした。単繊維の引張試験は 109 本行った。

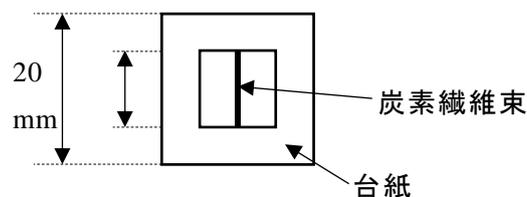


図 3-2.7.2-2 単繊維引張試験片

(2)-1-1-2-2 結果

①ゲージ長の異なる引張試験結果

12,000 本の繊維束を用いたゲージ長の異なる引張試験の結果を図 3-2.7.2-3 に示す。各ゲージ長で複数回行った荷重-変位線図の初期の傾きはそれぞれ一致しており、繊維の引き抜け等を起こさずに試験できたことが分かる。また、ゲージ長 10 mm の試験以外については、繊維が徐々に破断する様子が観察され、それに対応して荷重-変位線図も徐々に荷重が減少した。繊維束を構成する繊維の強度は一定値ではなく分布を

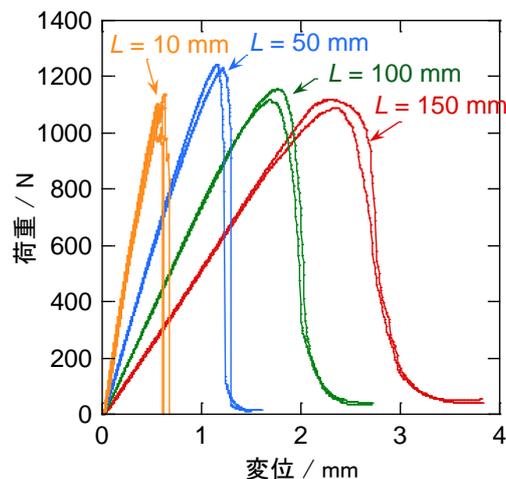


図 3-2.7.2-3 炭素繊維束の応力ひずみ線図

有しているためこのような挙動を示している。また、破断後については繊維間の摩擦によって荷重がゼロにならず残っており、かつ繊維間の摩擦はゲージ長が長いほど大きくなることが分かった。

②測定系の伸びの算出

図 3-2.7.2-3 で示した荷重-変位線図から応力-ひずみ線図を得るためには、繊維束のひずみを求める必要がある。試験機で表示される変位は繊維束の変位ではなく、繊維束の変位と測定系の変位の合計である。試験機で表示される変位を ΔL_{total} 、繊維束の変位を ΔL_{fiber} 、測定系の変位を ΔL_{system} とすると以下の式が成り立つ。

$$\Delta L_{total} = \Delta L_{fiber} + \Delta L_{system} = L_{fiber} \frac{P}{SE} + \Delta L_{system} \quad (1)$$

ここで L_{fiber} はゲージ長、 P は繊維束にかかる荷重、 S は繊維束断面積、 E は繊維束の引張弾性率である。したがって、横軸に L_{fiber} 、縦軸に ΔL_{total} をプロットすると傾きが P/SE 、切片が ΔL_{system} の直線となる。様々な荷重 P に対して ΔL_{system} を計算することで、 ΔL_{system} の荷重 P 依存性が得られる。今回、1,200 N まで 50 N 刻みでこのプロットを作成して荷重依存性を評価した。荷重 250 N と 500 N についてプロットした例を図 3-2.7.2-4 に示す。ゲージ長 L_{fiber} に対してグラフは直線になっていることが確認できる。様々な荷重 P に対してこれと同じグラフを作成して、そのグラフの切片から測定系の伸び ΔL_{system} の荷重 P 依存性を計算した。

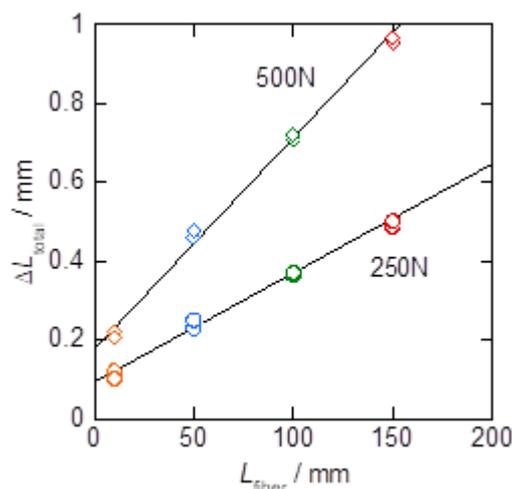


図 3-2.7.2-4 測定の伸びと試験片長さの関係

繊維束引張試験から得られた ΔL_{system} の荷重 P 依存性を図 3-2.7.2-5 に示す。 ΔL_{system} は荷重に対して非線形な増加を示した。これは、 ΔL_{system} の主因がタブ接着に用いた接着剤樹脂の変形によるためであると考えられる。この ΔL_{system} を全変位 ΔL_{total} から差し引くことで、繊維束のみの伸びを得ることができる。

糸の本数が半分の 6,000 本の場合についても同様の計算し、図 3-2.7.2-5 にはその結果も青いプロットで示した。糸の本数が半分になると、同じ荷重時の測定系の伸びが大きくなった。繊維の本数が異なると、繊維束の断面形状（束の厚さと幅）が変わ

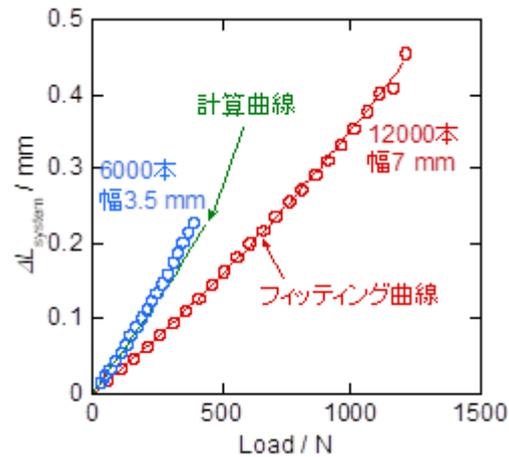


図 3-2.7.2-5 測定系の伸びの荷重依存性

り、タブ接着部の応力状態が変わることが、 ΔL_{system} が繊維本数依存性を示す原因と考えられる。繊維束の厚さと幅を考慮した単純な shear-lag 理論によって 12,000 本の繊維束を用いた測定系の変形量から 6,000 本の測定系の変形量の推定を試みた。図 3-2.7.2-5 の緑色の線は、12,000 本の結果をフィッティングした赤いカーブから、6,000 本の場合の測定系の変形量を推定した結果である。若干の差異はあるものの、12,000 本の繊維束の引張試験の結果から 6,000 本の場合の ΔL_{system} をほぼ予測できることが分かった。本手法を用いれば、ある既知の本数の繊維束で測定系の伸びを得ておけば、本数の異なる繊維束の場合の測定系の伸びも推測できる。従って、リサイクル炭素繊維のように、ゲージ長の異なる試験や既定の本数の繊維束を得ることが困難な場合にも、適切なコンプライアンス補正を行うことができる。

③繊維引張試験の解析方法の検討

測定系の変位を補正して得られた繊維束のみの変位から算出した応力-ひずみ曲線を図 3-2.7.2-6 に示す。10 mm のゲージ長のものを除き、ひずみが小さい領域でのグラフの傾きはほぼ一致しており、測定系の伸びが適切に除去されていることが分かった。また、ゲージ長が短いほど高い最大応力を示した。これはゲージ長が短いほど繊維中の欠陥存在確率が小さくなるため強度が高くなるという寸法効果の影響があると

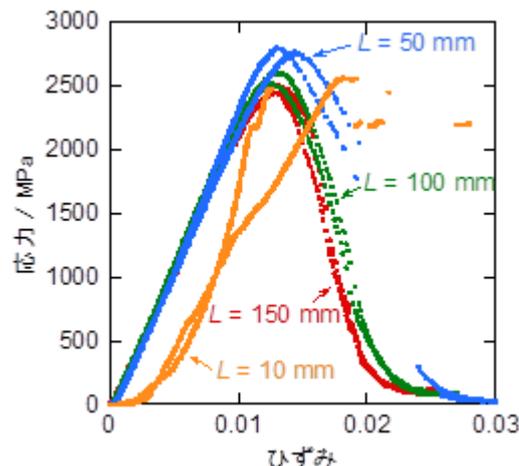


図 3-2.7.2-6 繊維束の応力ひずみ線図

考えられる。一方、ゲージ長が 10 mm のものについては小さなひずみ領域の挙動が乱れており、測定系の伸びが繊維伸びよりも大きく精度よくひずみが評価できなかったことが分かった。

ゲージ長 50mm 以上の応力-ひずみ曲線から繊維の引張強度分布の解析を試みた。炭素繊維はワイブル分布に従う脆性材料であり、一般にその累積強度分布 F は以下のように表現されることが知られている。

$$F = 1 - \exp\left(-\frac{L_{\text{fiber}}}{L_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (2)$$

ここで、 σ は応力、 m と σ_0 はそれぞれワイブルのシェイプパラメーターとスケールパラメーター、 L_0 は基準長さで 1m である。この強度分布を有する繊維束をたるみな

く、引っ張った場合の糸束の繊維束の見かけの応力 σ_{bundle} (荷重を初期断面積で除したもの) は以下のように表現できる。

$$\sigma_{\text{bundle}} = E\varepsilon \cdot \exp\left(-\frac{L_{\text{fiber}}}{L_0} \left(\frac{E\varepsilon}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (3)$$

ここで応力 σ とひずみ ε の関係式 $\sigma = E\varepsilon$ を用いた。図 3-2.7.2-3 で確認したように、現実の引張試験では繊維間に接触が存在するため、破断後の繊維間に摩擦力が生じる。繊維が破断した後に動摩擦力として荷重を伝達すると仮定すると上の式は

$$\sigma_{\text{bundle}} = E\varepsilon \cdot \exp\left(-\frac{L_{\text{fiber}}}{L_0} \left(\frac{E\varepsilon}{\sigma_0}\right)^m\right) + T \left(1 - \exp\left(-\frac{L_{\text{fiber}}}{L_0} \left(\frac{E\varepsilon}{\sigma_0}\right)^m\right)\right) \quad (4)$$

となる。ここで T は動摩擦力に起因する応力の成分である。

実測したゲージ長 50~150 mm の応力-ひずみ線図を式(4)でフィッティングし、4つのパラメーター E 、 m 、 σ_0 、 T を求めた。一例としてゲージ長 100 mm のデータをフィッティングした結果を図 3-2.7.2-7 に示す。応力-ひずみ線図全体にわたって良好にフィッティング出来ていることがわかる。

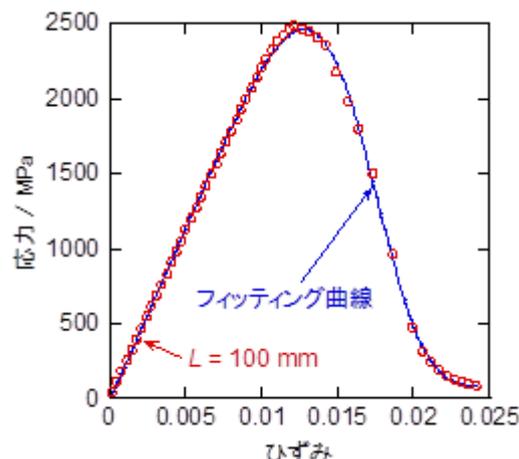


図 3-2.7.2-7 応力-ひずみ線図のフィッティング例

フィッティングによって得られた各パラメーターのゲージ長依存性を図 3-2.7.2-8 に示す。点線は、単繊維引張試験から得られた値である。繊維束引張試験から得られた

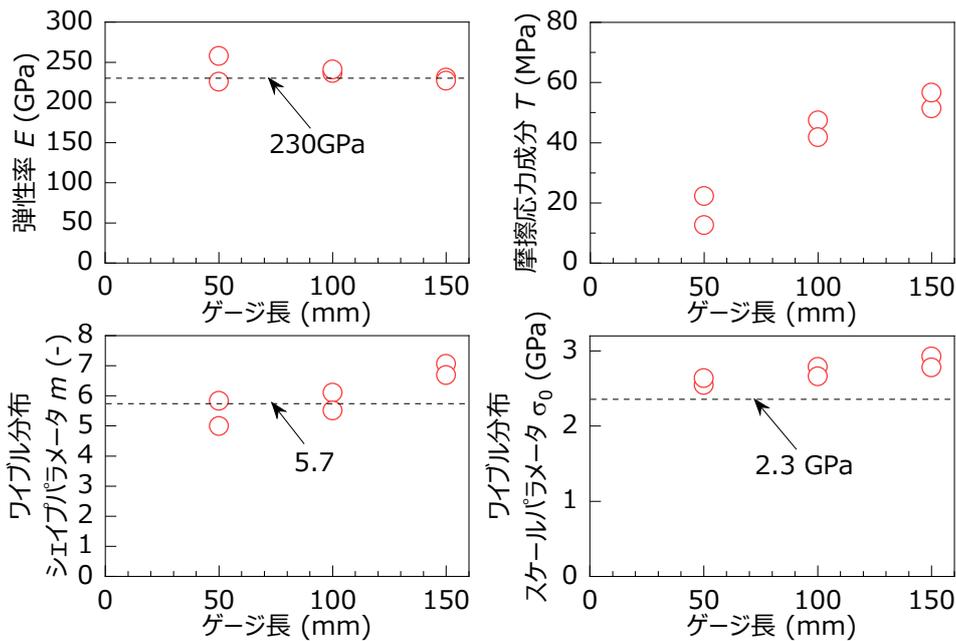


図 3-2.7.2-8 繊維束引張試験で得られた各パラメーターのゲージ長依存性

引張弾性率および繊維強度のワイブルパラメータは単繊維引張試験とほぼ同等の結果を得ることができており、本試験が妥当であることを示している。摩擦応力成分 T はゲージ長が長いほど高い値を示した。接触面積が長いほど動摩擦力が大きくなることを反映していると考えられる。本来であれば、長さに対して正比例の関係を示すはずであるが、完全には直線になっていない。破断後の繊維の密集状態が若干異なっていることが予想される。また、今回は表面状態が同じものを扱っているため、この値自体に大きな意味はないが、リサイクル炭素繊維の評価の際には、表面状態の変化の影響が T に反映されると予想されるため、表面状態の変化を判定する重要な指標になりうると考えられる。

(2)-1-1-3 リサイクル炭素繊維を用いた引張試験

(2)-1-1-3-1 実験

①材料

長さ 30cm 以上の長いリサイクル炭素繊維(廃材種類不明)の炭素繊維を用いた。

②リサイクル炭素繊維束の作製

糸切れを起こしている部分を櫛で梳かして除去することで、配向の揃った繊維束を作製した。

③繊維束の断面積測定

新品の炭素繊維束の断面積は、線密度（基準長さあたり質量）を繊維密度で割ることで計算するが、リサイクル炭素繊維の場合は繊維の長さが短いため精度良く測定できないという課題がある。そこで、課題番号 42 で新たに開発した評価手法で測定した。材料の厚さを測定する方法として X 線が材料内部を通過する際の透過率を利用す

る方法あり、X線が透過しづらい金属膜の厚さを測定など利用されている。一般に炭素繊維は透過率が高く厚さの測定が難しい。しかし、課題番号 42 ではこの手法を炭素繊維束の透過像に適用し、X線輝度分布補正や透過厚さと透過率の校正曲線を導入することで、炭素繊維束の断面積を高精度な測定を可能にしている。

④樹脂含浸ストランドの作製

②で作製した 30cm のリサイクル炭素繊維束を幅 10mm の金型に入れてエポキシ樹脂を流し込み余分な樹脂をプレスして絞り出すことで樹脂含浸ストランドを作製した。その後、(2)-1-1-2 と同様の方法で試験片にした。

⑤繊維束引張試験

(2)-1-1-2 と同様の方法で繊維束および樹脂含浸ストランドの引張試験を実施した。樹脂含浸ストランドについては自動伸び計(SIE-560A, 島津製作所)を使用して伸びを測定した。

(2)-1-1-3-2 結果

①リサイクル炭素繊維の応力ひずみ線図

リサイクル炭素繊維束の応力ひずみ線図を図 3-2.7.2-9 に示す。応力ひずみ線図は荷重が徐々に増加して最大値に達したのち減少する挙動が観察された。詳細にみると引張ひずみが小さいときの傾きが徐々に増加していることが分かる。これは楯で引きそろえた炭素繊維束内部の繊維配向の乱れが若干あることを示唆している。しかし、傾きの増加はそれほど顕著なものではないため、今回は得られた応力ひずみ線図から式(4)の繊維束の引張試験の理論式でフィッティングを行い、引張弾性率やワイブルパラメータを算出した。

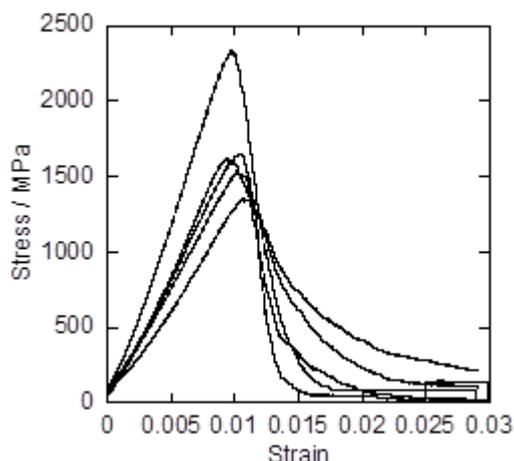


図 3-2.7.2-9 30cm のリサイクル炭素繊維の応力ひずみ線図

フィッティングから 30cm のリサイクル炭素繊維の引張弾性率は 192 ± 26 GPa と市販されている炭素繊維と比較すると低い値であった。試験片作製時にも糸切れが確認されていたことから、この引張弾性率が異なる要因としては炭素繊維自体の劣化ではなく繊維束内部での糸切れが主要な要因として考えられる。したがって繊維束内部に

糸切れがある場合は昨年度開発した手法をそのまま適用すると引張弾性率を小さく評価してしまう課題があることを確認できた。

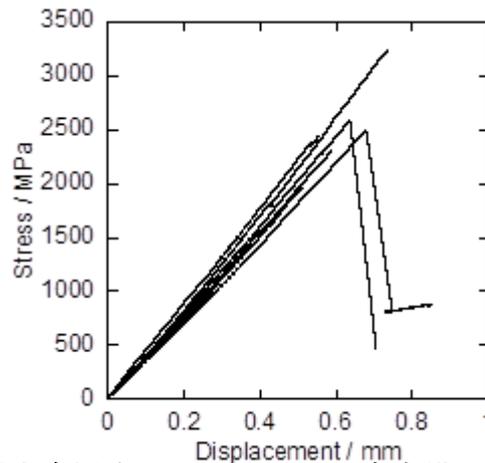


図 3-2.7.2-10 樹脂含浸させたりサイクル炭素繊維の応力ひずみ線図

② 樹脂含浸リサイクル炭素繊維の応力ひずみ線図

前述したように繊維束の引張試験において繊維束内部に糸切れがある場合はすべての繊維に荷重伝達できないため引張弾性率が低めに評価される。そのため、例えば、繊維束を樹脂含浸させて、すべての繊維に荷重伝達させることができれば糸切れの影響を見かけ上無くすることができるはずである。30cmのリサイクル炭素繊維を樹脂含浸させた場合の応力ひずみ線図を図 3-2.7.2-10 に示す。ここから求めた繊維の引張弾性率は $231 \pm 15 \text{GPa}$ となった。これより樹脂を含浸させたサンプルを用いることで引張弾性率が得られることが分かった。

③ 繊維束が切断している場合の解析方法について

繊維束の引張試験において繊維が徐々に破断していく挙動を適切に追跡できているとすると、応力が低い要因は糸切れの断面積に起因する。そのため、糸切れしていない断面積の割合を k とすると糸切れしている場合の繊維束の引張試験の結果は以下のように表現される

$$\sigma_{\text{bundle}} = E\varepsilon \cdot k \cdot \exp\left(-\frac{L_{\text{fiber}}}{L_0} \left(\frac{E\varepsilon}{\sigma_0}\right)^m\right) + T \left(1 - k \cdot \exp\left(-\frac{L_{\text{fiber}}}{L_0} \left(\frac{E\varepsilon}{\sigma_0}\right)^m\right)\right) \quad (5)$$

これは残存繊維量を表す指数関数項に糸切れしていない繊維の断面積割合 k をかけることで得られる式である。したがって上記の修正式でフィッティングを行うことでパラメーターを算出できる。この修正式を用いて評価した結果を $(\sigma_0, m) = (1.5 \pm 0.1 (\text{GPa}), 8.8 \pm 2.3)$ となった。

(2)-1-1-4 まとめ

繊維束の引張試験から平均的機械特性を評価するための試験手法を検討した。繊維の両端にタブを取り付けた試験片を使用することで繊維束をたるみなく同時に引張ることを実現した。繊維ひずみに関しては測定系の変位を補正することで繊維ひずみを

算出した。測定系の伸びに関しては主要な変形部がタブ内の樹脂であることを見出し、繊維量に応じて測定系の変位を計算できる式を計算した。また、破断した繊維が摩擦力に寄与するという仮定のもと、摩擦力を考慮した解析式の提案をし、それに基づいて繊維の強度分布(ワイブルスケールパラメータ)の評価ができることを確認した。

リサイクル炭素繊維束に本手法を適用した結果、引張試験ができることを確認した。その一方で繊維束内での糸切れがある場合に引張弾性率が低めに評価されてしまうことが分かった。この課題を解決するため、樹脂含浸させた繊維束の引張試験から引張弾性率を評価をした。そして、その引張弾性率を用いることで糸切れのある場合の繊維束でも強度分布を評価できる解析式を提案した。本開発により糸切れのあるリサイクル炭素繊維束でも評価可能になった。

(2)-1-2 配向炭素繊維束複合材料を用いた界面特性評価法の開発

(2)-1-2-1 緒言

リサイクル炭素繊維の繊維樹脂界面特性は、その後利用する複合材料の物性に大きく影響を及ぼす。繊維樹脂界面特性を評価する方法として、繊維一本を対象とするフラグメンテーション試験やマイクロドロップレット試験といったものが挙げられる。これらの測定法では詳細な解析が可能であるが、評価にかなりの労力と時間を要し、リサイクル炭素繊維で実施するためにはコストがかかりすぎるという課題がある。

複合材料の試験から繊維樹脂界面の平均特性を推定する方法として、90°方向引張試験がある。90°方向に引張破壊を起こさせた場合、繊維樹脂界面強度が弱い場合は繊維樹脂界面から破壊の起点になり樹脂のほうが弱い場合は樹脂が破壊の起点になる。そのため、この試験は繊維樹脂界面強度の見積もる試験として有用である。しかし、リサイクル炭素繊維は不連続であることから大きな試験片の作製が困難な場合がある。そこで本開発では小型引張試験片で繊維樹脂界面引張強度を評価することを検討した。

(2)-1-2-2 実験

①試験片

試料として、炭素繊維(T700SC 12K、東レ)、エポキシ樹脂(jER827、三菱ケミカル)とエポキシ樹脂硬化剤(ST11、三菱ケミカル)を用いた。不連続のリサイクル炭素繊維を模擬するため、炭素繊維は5 cm程度の長さにカットした。カットした炭素繊維を5cm×5cmの金型の中に方向を揃えて配置し、金型の中央部分にエポキシ樹脂を流し込んだ。できるだけ均一に樹脂を含浸させるため、炭素繊維の配置とエポキシ樹脂の流し込みは数回に分けて行った。その後、金型の蓋をかぶせて、真空中に5分間置いて脱気処理した。最終的にプレス機で圧縮して余分な樹脂を絞り、硬化させることで、厚さ1mmの一軸配向複合材料を作製した。繊維体積分率 V_f は40—70%の範囲で作製した。5 cm×5 cmの板材から、繊維配向に直交する方向に1 cm×5 cmの板材を切り出して試験片を得た。

②引張試験

引張試験は楔形の手締めグリップを取り付けた万能引張試験機(AG-Xplus SC10kN、島津製作所)を用い、クロスヘッド速度 0.1 mm/min で行った。試験片端部の破壊およびすべりを防ぐため、試験片は引張試験機のグリップに紙やすりを介して取り付けられた。試験をビデオカメラで撮影し、デジタル画像相関解析ソフト(VIC-2D、Correlated Solutions 社)により、引張試験時の試験部のひずみを解析した。

③平均場法による応力分布計算

繊維/樹脂界面の特性を予測するためにマクロな機械特性の理論計算を行った。ここでは、Eshelby の等価介在物理論を用いた。強化繊維の相互作用に関しては、マトリックス領域に生じる平均ひずみを用いて記述する森一田中の平均場理論を適用した。具体的には、これらの理論を組み込んだ複合材料物性値予測ソフトウェア (Digimat MF, MSC Software) を用いて、複合試料の引張特性の理論計算を行った。この手法は線形問題において高い精度を示すことが知られている。また、非線形部分に関しても、接線剛性を考えることにより対応が可能である。今回の計算では炭素繊維の物性は線形弾性体を仮定してカタログ値を用いた。エポキシ樹脂の物性は等方体を仮定して実測値を用いた。繊維長分布は一軸配向とした。Eshelby の等価介在物理論に基づくインクルージョンである繊維の応力は一定値であることが理論的に示さ

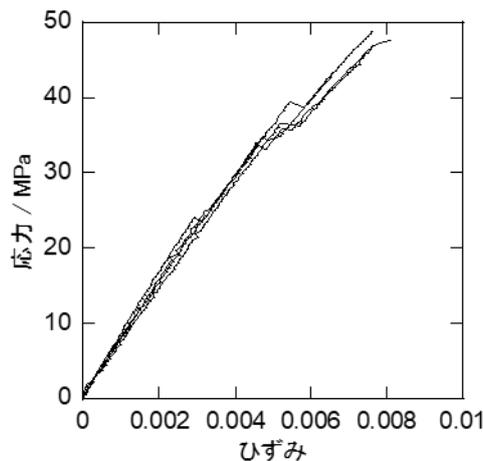


図 3-2.7.2-11 90° 引張試験の応力ひずみ線図(n=4)

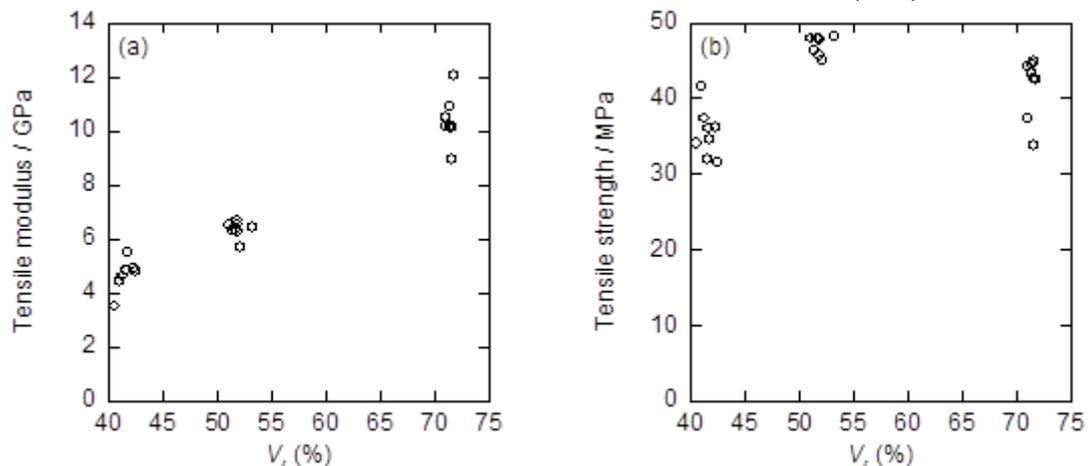


図 3-2.7.2-12 90° 引張試験の(a)引張弾性率および(b)引張強度の繊維体積分率

れている。これは、繊維の中央部も界面近傍も同じ応力であることを示している。そこで、今回界面の剥離を扱うにあたり、界面に破壊規準を設けるのではなく、繊維に破壊規準を設けることで界面の剥離による破壊を再現することにした。

(2)-1-2-3 結果

① 90° 引張試験の結果

90°引張試験の応力-ひずみ線図を図 3-2.7.2-11 に示す。適切に試料作製および試験を行うことができれば、ばらつきの小さい結果が得られることが確認できた。

続いて繊維体積分率 V_f を変えた場合の引張弾性率と引張強度の結果を図 3-2.7.2-12 に示す。繊維体積分率 V_f が上がると複合材料弾性率も上がった。複合材料引張強度は繊維体積分率 V_f が上がると若干強度が上がる傾向を示した。

③ 数値計算の結果

繊維体積分率 V_f 40%の 90° 方向引張試験の応力ひずみ線図の計算結果を図 3-2.7.2-13 に示す。計算から得られた繊維応力もプロットした。前述したように繊維に応力が集中して高い値を示していることが分かる。このグラフから応力集中係数 α (複合材料応力に対する繊維応力の比) を計算した結果が図 3-2.7.2-14 である。この応力集中係数 α を任意の繊維体積分率 V_f および複合材料応力 σ について適用できるようにするため近似式として以下の式を考案した。

$$\alpha = (a \times V_f + b) + f \times \frac{\exp(c(\sigma + d \times V_f + e))}{1 + \exp(c(\sigma + d \times V_f + e))}$$

上式で図 3-2.7.2-14 の結果をフィッティングしたところ、 $a=-0.002925337$, $b=1.167595203$, $c=-0.312790274$, $d=0.280028245$, $e=-59.41695332$, $f=0.113411079$ となった。今回の複合材料の系ではこの値を使用することで応力集中係数 α は 0.7%以下の誤差で近似できる。実験結果から、上式を用いて繊維樹脂界面引張強度を計算した。今回の複合材料の破壊が界面から起きているとすると繊維樹脂界面強度は 44 ± 5 MPa になることが分かった (図 3-2.7.2-15)。

(2)-1-2-4 まとめ

炭素繊維の繊維樹脂界面引張強度を出す手法として一方向材料を用いた方法を提案した。平均場理論による計算結果から応力集中係数を計算して、さらにその近似式を提案した。その近似式を用いて繊維樹脂界面引張強度を計算した結果 44 ± 5 MPa になることが分かった。リサイクル炭素繊維の繊維樹脂界面引張強度を簡便に評価する一つとして有用な方法といえる。

(2)-1-3 短繊維配向複合試料を用いた機械特性評価技術の開発

(2)-1-3-1 緒言

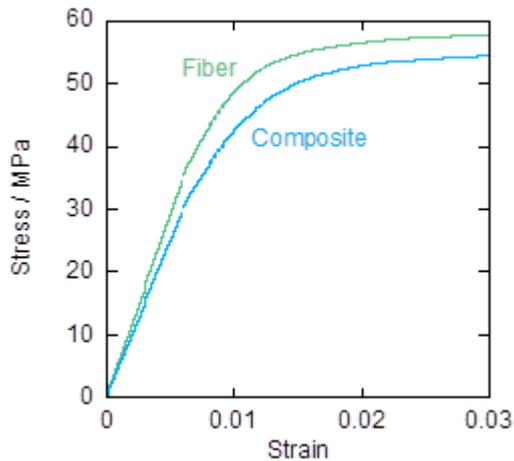


図 3-2.7.2-13 計算で得られた
応力-ひずみ線図

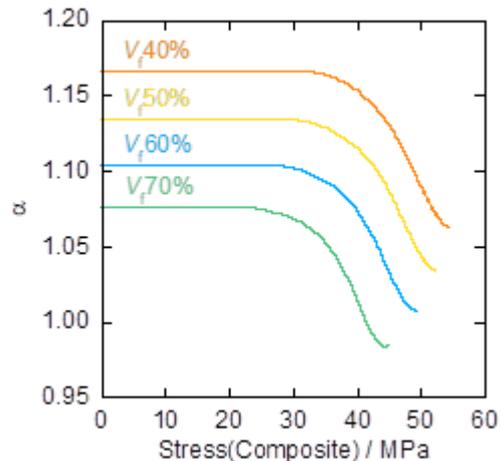


図 3-2.7.2-14 応力集中係数の応力および
繊維体積分率依存性

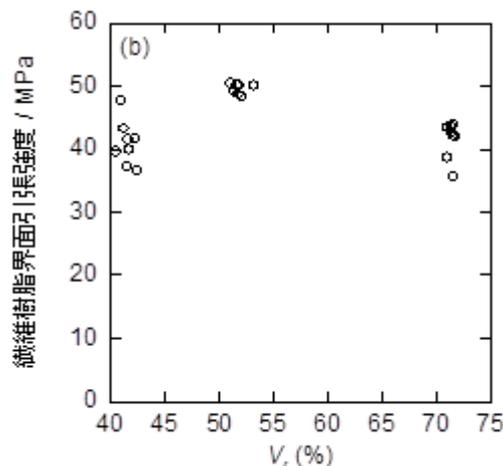


図 3-2.7.2-15 応力集中係数を用いて計算した繊維樹脂界面引張強度

リサイクル炭素繊維が数 mm にも満たない長さにまで短くなっている場合には、これまでに述べたような繊維束として取り扱う評価方法は適用できない。そこで、炭素繊維を熱可塑樹脂と混練し、押し出して繊維を配向させた複合材料を作製し、その複合材料の特性から炭素繊維の物性を抽出することを試みた。

(2)-1-3-2 実験

① 短繊維配向複合試料の作製

粉末状のリサイクル炭素繊維および PA12 を二軸混練押出機(KZW20TW-30MG-NH、テクノベル)で混練後、口径 7mm×2mm の口金から押し出し、角棒状の押出試料を作製した。

② 繊維配向の測定

押出試料の表面を鏡面研磨して、内部の炭素繊維の観察画像を取得した。繊維分析装置(FiberShape、IST AG 社)を用いて、押出方向を 0°方向として、内部の繊維配向の分布を評価した。

③ 押出試料の引張試験

全長 250mm の押出試料の両端各 50 mm の範囲に紙製タブを取り付けて引張試験片を作製した。タブの間隔は 150mm とした。試料の外観を図 3-2.7.2-16 に示す。引張試験は自動伸び計(SIE-560A、島津製作所)を装着した引張試験機(AGX-plus 100kN、島津製作所製)で引張速度 1mm/min で行った。応力は引張荷重を初期断面積で割って求めた。

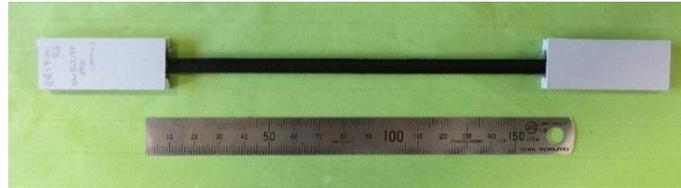


図 3-2.7.2-16 押出試料から作製した引張試験片

④ 短繊維配向複合試料の機械特性の理論計算

マクロな機械特性の理論計算を行った。ここでは、Eshelby の等価介在物理論を用いた。強化繊維の相互作用に関しては、マトリックス領域に生じる平均ひずみを用いて記述する森一田中の平均場理論を適用し、さらに配向分布がある場合に拡張した。具体的には、これらの理論を組み込んだ複合材料物性値予測ソフトウェア (Digimat MF, MSC Software) を用いて、複合試料の引張特性の理論計算を行った。この手法は線形問題において高い精度を示すことが知られている。また、非線形部分に関して、接線剛性を考えることにより対応が可能である。今回の計算では炭素繊維の物性は線形弾性体を仮定してカタログ値を用いた。PA12 の物性は実測した応力ひずみ線図を用いた。繊維の配向分布は実測した配向分布から配向テンソルを計算して入力した。配向ベクトルの (p_1, p_2, p_3) とき、配向テンソル \mathbf{a} は式(1)のように表現される。

$$\mathbf{a} = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} p_1 p_1 & p_1 p_2 & p_1 p_3 \\ p_2 p_1 & p_2 p_2 & p_2 p_3 \\ p_3 p_1 & p_3 p_2 & p_3 p_3 \end{bmatrix} \quad (1)$$

今回の計算において繊維配向は面内配向を仮定し、 i 番目の炭素繊維の押出軸からの角度を θ_i とした場合の配向ベクトルを $(\cos \theta_i, \sin \theta_i, 0)$ と表現した。式(2)を用いてそれらの平均値から配向テンソルを計算した。

$$\begin{bmatrix} \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \cos^2 \theta_i & \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \cos \theta_i \sin \theta_i & 0 \\ \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \cos \theta_i \sin \theta_i & \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \sin^2 \theta_i & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (2)$$

今回、押出配向試験片の力学特性を支配する因子のうち特に影響が大きいと思われる引張弾性率、繊維分率、配向テンソル、アスペクト比について基準物性を設定して、その基準から変化させた場合に押出配向試験片の物性がどのように変化するか計算した。引張弾性率、繊維分率、配向テンソルに関しては実際の複合材料から得られた値を参考にして、引張弾性率 230GPa、繊維分率 $V_f=0.20$ 、配向テンソル $a_{11}=0.80$ を基準物性として採用した。アスペクト比に関しては市販のミルドファイバーのアスペク

ト比を参考に基準を 20 とした。

(2)-1-3-3 結果

① 繊維配向分布

解析した短繊維配向複合試料の繊維配向分布のヒストグラムを図 3-2.7.2-17 に示す。押出プロセスによって繊維が押出方向に配向し、大半の繊維が $\pm 30^\circ$ の範囲内に配向していることが分かった。今回、この実測値から計算に用いる配向テンソルの基準値 0.8 を決定した。

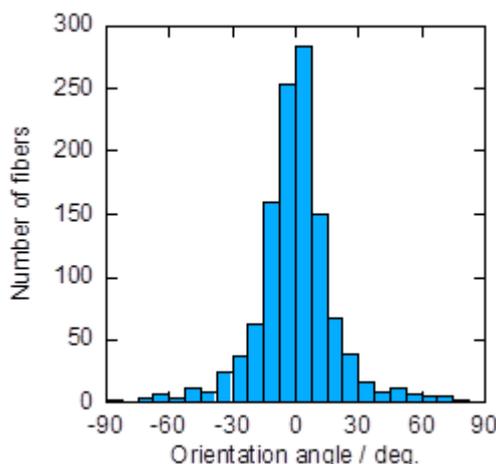


図 3-2.7.2-17 炭素繊維の配向分布

② 等価介在物理論による計算

繊維弾性率、体積分率、アスペクト比、配向テンソルをそれぞれ変化させた場合の短繊維配向複合試料の応力ひずみ線図の計算結果を図 3-2.7.2-18 に示す。繊維弾性率、繊維配向、繊維分率、繊維アスペクト比が高くなると、短繊維配向複合試料の引張弾性率も高くなることが分かる。本計算によって、各因子の影響を定量的に把握することができた。

(2)-1-3-4 考察

今回の計算結果を用いて短繊維配向複合試料の引張弾性率から繊維弾性率を計算する方法を説明する。図 3-2.7.2-18(b)のひずみの小さい領域の傾きから、短繊維配向複合試料の引張弾性率を計算する。繊維弾性率に対して得られた短繊維配向複合試料の引張弾性率をプロットすることで、短繊維配向複合試料の引張弾性率から繊維弾性率を計算するための校正曲線を作成できる。図 3-2.7.2-19 が実際に得られた校正曲線である。リサイクル炭素繊維を用いた短繊維配向複合試料の実験から得られた応力ひずみ線図を図 3-2.7.2-20 に示す。この結果から短繊維配向複合試料の引張弾性率の実測値として 12GPa が得られており、校正曲線から繊維の引張弾性率を推定すると 200GPa となる。実際の繊維の引張弾性率は 230GPa であり、推定値として妥当な値が得られたと考えられる。

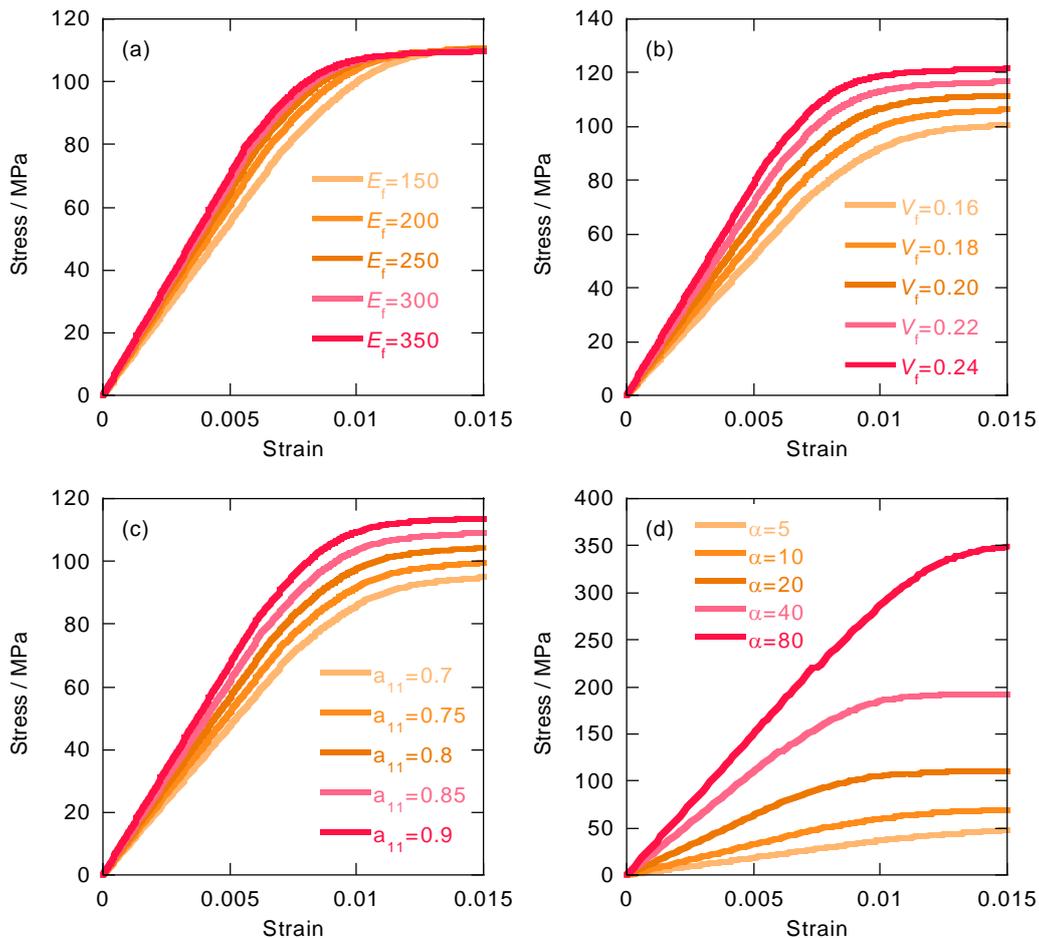


図 3-2.7.2-18 短繊維配向複合試料の応力ひずみ線図の(a)繊維弾性率、(b)繊維分率、(c)配向テンソル、(d)繊維アスペクト比依存性

(2)-1-3-5 結論

短繊維配向複合試料から炭素繊維の物性を評価するために短繊維配向複合試料の引張試験および理論計算を実施した。物性値を計算するための繊維配向データが面内配向という仮定をおいて計算して、短繊維配向複合試料の引張試験の結果から炭素繊維の力学特性を評価するための校正曲線を作成した。作成した校正曲線とリサイクル炭素繊維を用いた短繊維配向複合試料の引張弾性率の実測値から繊維の物性値を計算したところ 200GPa となり、実際の弾性率 230GPa にほぼ一致する値を得ることができた。

(2)-1-4 まとめ

リサイクル炭素繊維の平均的機械特性を簡便かつ効率的に評価する手法として、3つの手法の開発に取り組んだ。繊維束を用いた引張試験では、一度の試験で数千本程度のリサイクル炭素繊維から弾性率、強度分布、表面状態を効率的に評価する手法として確立した。繊維束に樹脂を含浸させた一方向複合材料の 90° 引張試験では、小型の試験片で精度よく試験を実施し、繊維樹脂界面強度を評価する手法を開発した。繊維束の作製が困難であるような短繊維に関しては、短繊維配向複合試料の引張試験か

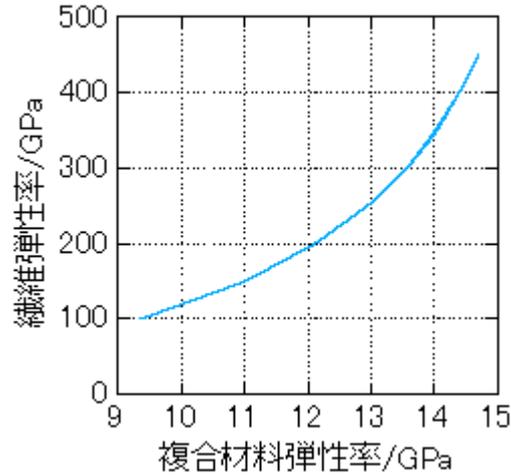


図 3-2.7.2-19 複合材料弾性率から繊維弾性率を求めるための校正曲線

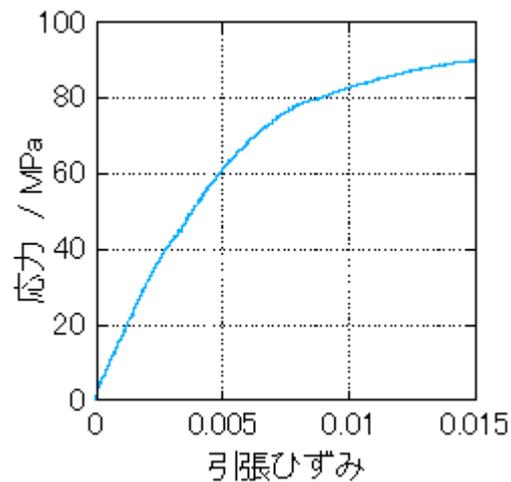


図 3-2.7.2-20 実測データ

ら、繊維弾性率を推定する手法を開発した。

開発した手法を、リサイクル炭素繊維の評価手法として普及させるため、国際規格化に向けた取組を進める。

(2)-2 リサイクル炭素繊維中の不純物の分析技術の開発

(2)-2-1 炭素繊維に付着した残留炭素の定量評価技術の開発

(2)-2-1-1 緒言

CFRP から炭素繊維を回収する場合、炭素繊維表面の残渣の量や反応性は、マトリックスの種類や熱分解条件によって大きく異なる¹。炭素残渣、ガラス繊維、金属箔や埃などが混入すると、再生した CFRP の炭素繊維とマトリックスとの密着性が阻害され、物性に大きな影響を与える²。また表面を酸化処理すると、残渣の生成が抑制され、物性低下を回避できることが報告されている³。

エポキシ樹脂の熱分解に対し、これまでいくつかのモデルを用いて速度論的に解析されてきた^{4,5,6}が、CFRP の熱分解に対する解析はほとんど報告されていない^{7,8,9}。本研究では、初めにエポキシ樹脂の熱分解に対する試料の形状や雰囲気ガスの影響を検

討した。次に各企業で実際に CFRP から回収された炭素繊維を空气中で加熱し、重量変化からリサイクル炭素繊維に付着した炭素残渣を定量する簡便で高精度な評価技術を開発した。

(2)-2-1-2 実験

①試料

①-1 エポキシ樹脂

エポキシ樹脂の熱分解では、ビスフェノールA樹脂(DGEBA、三菱化学社製) 33 g に無水メチルヘキサヒドロフタル酸 (MHHPA、日立化成社製) 30 g とN,N-ジメチルベンジルアミン (NDMA、和光純薬工業社製) 1g を混合し、80°Cで2時間、200°Cで2時間硬化させて試料作成した。エポキシ樹脂の元素分析値を表 3-2.7.2-3 に示す。

表 3-2.7.2-3 エポキシ樹脂の元素分析値

C	H	N	O _a
68.7	7.2	0.2	23.9

①-2 炭素繊維

炭素繊維としては、航空機等に広く使用されている炭素繊維 T800SC-24K-10E (東レ社製) および T800 に未重合のエポキシ樹脂を塗布して製造したプリプレグ (トレカプリプレグ (P2255S-15)) を 130°Cで2時間硬化させた CFRP を用いた。また CFRP



炭素繊維 T800SC-24K-10E



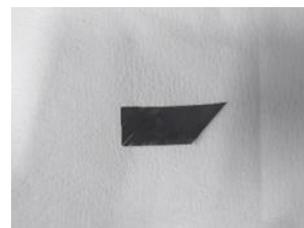
プリプレグ P2255S-15



試料1 1次加熱品



試料2 2次加熱品



試料3



試料4



試料5



試料6 ピッチ系繊維

図 3-2.7.2-21 実験に使用した試料

から回収された炭素繊維試料としては、各会社から提供された試料を使用した。試料 1、試料 2、試料 4、試料 5 は、A 社の 1 次加熱品、2 次加熱品、および B 社、C 社から提供された試料である。試料 3 は、実際の航空廃材を当研究室において窒素雰囲気中 500℃で 1 時間乾留して生成した。また試料 6 は、D 社から提供された炭素質繊維である（図 3-2.7.2-21）。

各試料を 1000 倍に拡大した SEM 写真を図 3-2.7.2-22 に示す。CFRP から回収された炭素繊維にはマトリック由来の炭素残渣が炭素繊維周辺に多く残留していることが明らかである。一方、2 次加熱品には炭素残渣はほとんど確認されず、2 度の熱分解で残渣がよく除去されていることが明らかである。各試料の元素分析値（表 3-2.7.2-4）から、炭素含有率は 94～96%であった。一方、ピッチから製造された炭素質繊維（試料 6）の炭素組成は 91%程度で、水素や酸素が多く含まれており、他の炭素繊維とは組成が大きく異なることが明らかである。

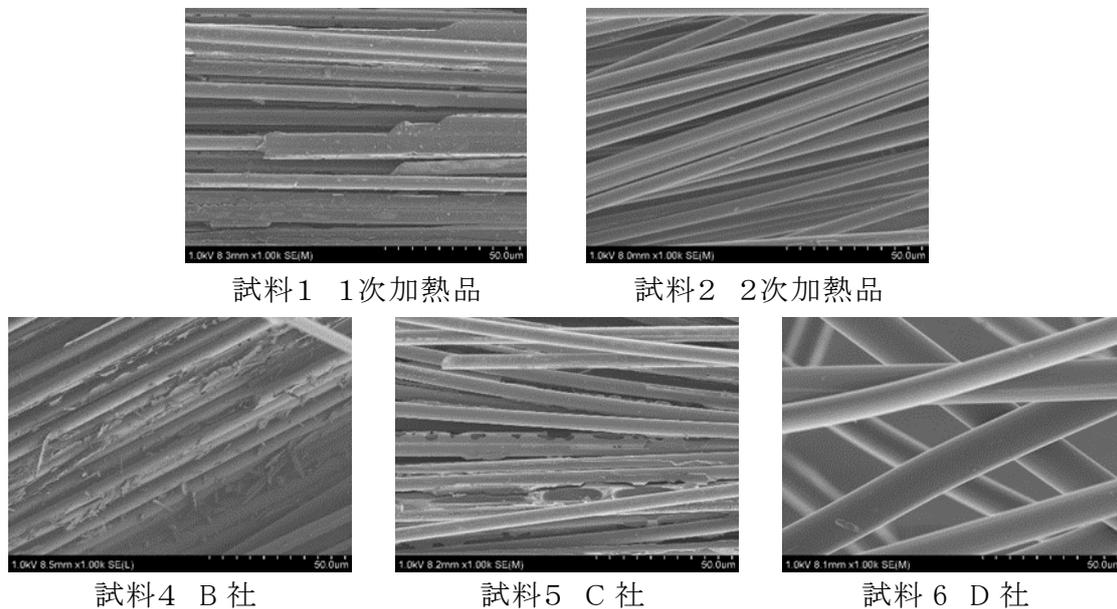


図 3-2.7.2-22 実験に使用したリサイクル炭素繊維の SEM 写真

表 3-2.7.2-4 炭素繊維の元素分析値

試料 No.	試料名	C	H	N	S	O	H/C	O/C
1	A 社 1 次加熱品	93.70	0.49	1.06	0.00	4.75	0.062	0.038
2	A 社 2 次加熱品	96.10	0.22	0.49	0.00	3.19	0.027	0.025
3	自作	95.70	0.41	0.00	0.00	3.89	0.051	0.030
4	B 社	94.40	0.57	0.93	0.07	4.03	0.072	0.032
5	C 社	95.10	0.31	0.98	0.07	3.54	0.039	0.028
6	D 社	90.90	1.19	1.16	0.30	6.45	0.156	0.053

② 実験装置および手順

産業技術総合研究所での実験では、空気あるいは酸素と窒素の混合ガス(酸素濃度 0, 5, 10 %) を 200 cm³/min の流量で流し、試料 5 mg を熱天秤 (リガク社製 TG 8120) で 2.5, 5, 10, 20°C/min の昇温速度で 800°C まで加熱し、重量変化を測定した。また試料 1g を石英製反応器 (長さ 600 mm, 内径 30 mm) に入れ、空気あるいは窒素を 100 cm³/min で流しながら室温から 800°C まで 5~10°C/min で昇温し熱分解した。凝縮性生成物は氷/水冷却トラップに回収し、ガス状生成物はモレキュラーシーブ 5A とポラパック Q の 2 本のカラムを備えたガスクロマトグラフ (Varian 社製 CP-4900) で

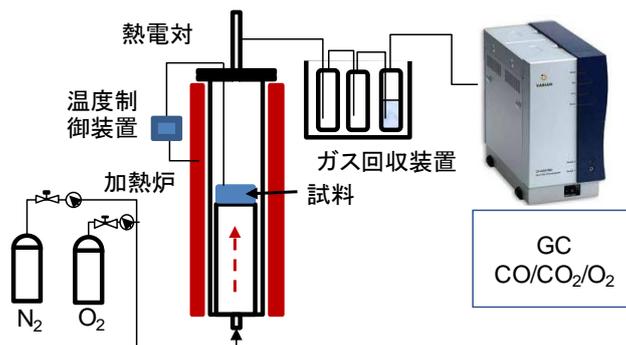


図 3-2.7.2-23 実験装置 (産業技術総合研究所)

2 分毎に採取し分析した (図 3-2.7.2-23)。

早稲田大学での実験では、昇温時における試料の重量変化を測定するため、熱天秤 (リガク、TG8121)、を用いて空気あるいは窒素を 30 cm³/min で流しながら、試料 5 mg を昇温速度 10°C/min で 900°C まで加熱した。また一定温度での試料の酸化速度を測定するため、試料 5 mg を 10°C/min で所定温度まで昇温した後、6 時間保持した。

炭素残渣および炭素繊維の酸化反応では、二酸化炭素および一酸化炭素が主に生成する。各反応温度でのガス生成物の生成速度を測定するため、試料 0.1~0.2 g を石英製反応器 (長さ 600 mm, 内径 30 mm) に入れ、空気を 30 cm³/min で流しながら室温から 10°C/min で所定の温度まで昇温した後に 4~6 時間保持した。反応器から流出するガスをいったん氷温で冷却したトラップを介した後、1 ml のガス用マイクロシリンダで約 5 分毎に採取した。また全ガス生成物を定量するため、反応器出口に 20 L のテドラーバックをつなげ、反応後に収集ガスの組成と体積を測定した。ガス状生成物の分析には、SHINCARBON-ST (50/80, 2.0m×3.0φ)カラムを備えたガスクロマトグラフ (TCD、SHIMAZU-8A) を用いた (図 3-2.7.2-24)。

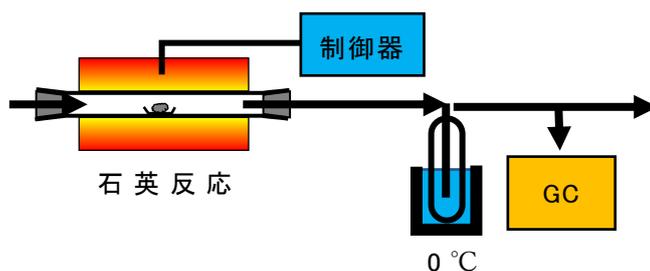


図 3-2.7.2-24 実験装置の概要

(2)-2-1-3 結果と考察

(2)-2-1-3-1 炭素繊維および CFRP の加熱

テトラヒドロフラン (THF) で表面のサイジング剤を除去した炭素繊維 (T800) およびプレプリグを加熱成形した製造した CFRP を窒素または空気雰囲気中 10°C/min で加熱した際の試料の重量変化を図 3-2.7.2-25 に示す。炭素繊維の重量は窒素中 1000°C まで昇温してもほとんど一定で、分解反応による重量減少は観測されなかった。一方、炭素繊維を空气中で加熱すると 600°C 付近から酸化反応による重量減少が観測され、900°C 付近で全て酸化分解した。550°C で昇温を止め回収した炭素繊維表面には、酸化分解によるとみられる多くの窪みが観察された (図 3-2.7.2-26)。CFRP を窒素中で加熱すると 300°C 以上でエポキシ樹脂の熱分解が始まり、450°C に達するまでに大部分の分解反応は完了し、エポキシ樹脂重量の 10%~20% に相当する残渣が炭素繊維表面に残留した。CFRP を空气中で加熱すると、300°C 付近でエポキシ樹脂の熱分解が始まり、400°C 以上で残渣が酸素を取り込む酸化反応が起こり、500°C 以上で残渣が酸化分解し、600°C 以上では炭素繊維の酸化分解に由来する急激な重量減少が観測された。

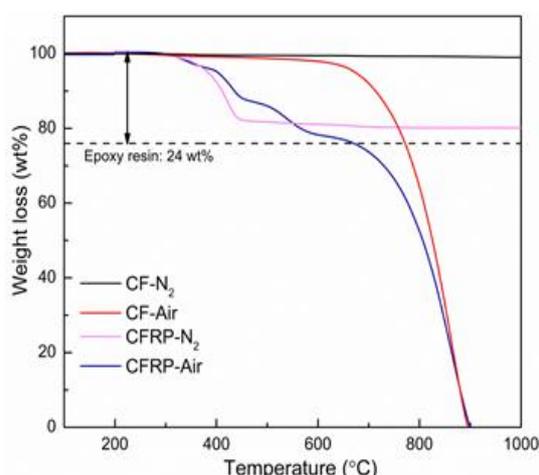


図 3-2.7.2-25 炭素繊維および CFRP の重量減少

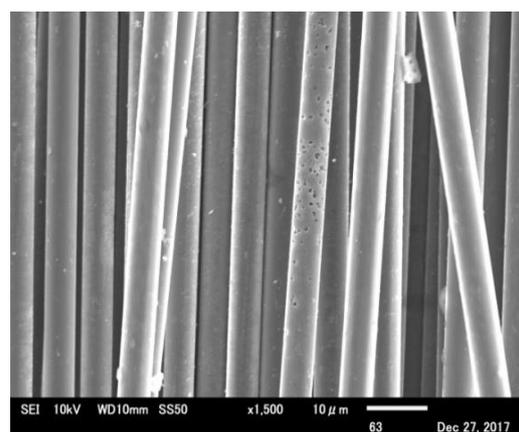


図 3-2.7.2-26 酸素中 550°C で処理した炭素繊維

(2)-2-1-3-2 プレプリグから製造した CFRP の熱分解で生成する残渣の熱分解

プレプリグから製造した CFRP を窒素雰囲気中で加熱した場合に生成する残渣の酸化分解反応性を詳細に検討するため、CFRP を空気雰囲気下 5, 10, 15, 20, 25°C/min で昇温した場合の試料の重量変化を図 3-2.7.2-27 に示す。試料の重量変化から、CFRP の分解は(1)304-393°C, (2)393-479°C, (3)479-654°C, (4)654-952°C の 4 段階で進行していると考えられる。熱天秤において異なる昇温速度で加熱した場合、活性化エネルギー (E_{α}) は(1)式から表せることが知られており、本研究でも $\ln(\beta)$ と $1/T_{\alpha}$ との関係が直線関係になることを確認し、その傾きから各反応の活性化エネルギーを(1) 93.8 kJ/mol, (2) 132.7 kJ/mol, (3) 64.5 kJ/mol, 85.3 kJ/mol と算出した (図 3-2.7.2-28)。

$$\frac{\beta}{T_{\alpha}^2} = \ln \left[\frac{AE_{\alpha}}{RC(\alpha)} \right] - \frac{E_{\alpha}}{RT_{\alpha}} \quad (1)$$

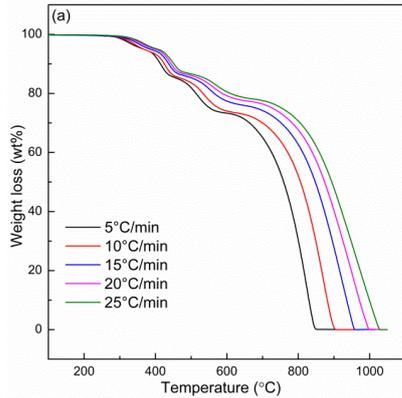


図 3-2.7.2-27 昇温速度を変化させた場合のエポキシ樹脂残渣の重量変化

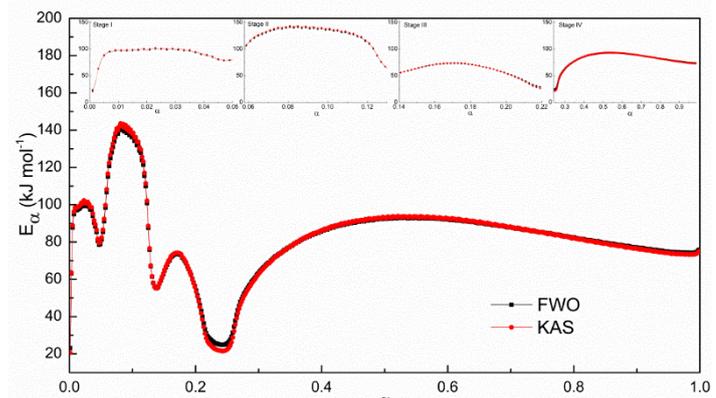


図 3-2.7.2-28 各反応の活性化エネルギー (α : 転化率)

サイジング剤を除去した炭素繊維を窒素中で所定の温度まで昇温し、温度を一定に保持した後に空気に切り替えた際に生成した二酸化炭素を GC で観測した際に得られたピーク面積の時間変化を図 3-2.7.2-29 に、そのアレニウスプロットを図 3-2.7.2-30 に示す。反応温度が高くなるに従って二酸化炭素の生成量は増加し、試料が消費されると急速に減少した。観測された二酸化炭素の面積は生成速度と比例しており、アレニウスプロットの傾きから活性化エネルギーは 86 kJ/mol と求められた。CFRP の 4 ステップ目の反応の活性化エネルギーは、700°C 以上で二酸化炭素の生成速度から求められた炭素繊維の酸化反応の活性化エネルギーと良く一致した。

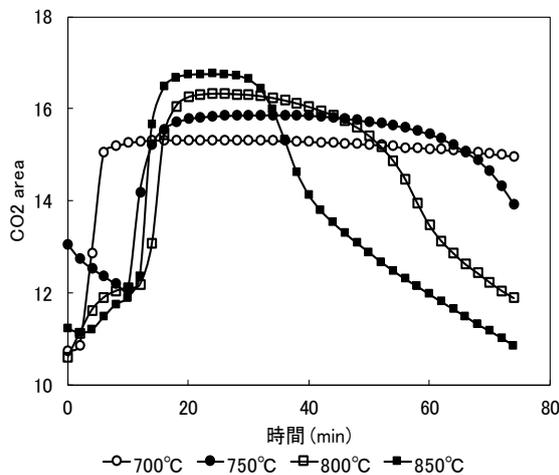


図 3-2.7.2-29 炭素繊維を空气中で熱分解した場合に生成した二酸化炭素

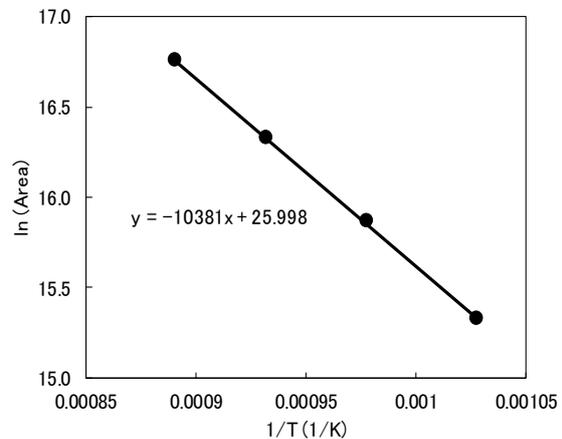


図 3-2.7.2-30 二酸化炭素の生成速度から観測された炭素繊維の酸化反応の活性化エネルギー

(2)-2-1-3-3 エポキシ樹脂の熱分解における雰囲気ガスの影響

エポキシ樹脂の熱分解では、雰囲気中の酸素が樹脂の熱分解や中間体の酸化反応を加速するため、粒径が小さく、雰囲気中の酸素濃度が高くなるに従って初期分解反応や中間体および残渣の酸化分解反応を促進させた。エポキシ樹脂を窒素中および空气中で 10°C/min で昇温させた際に観測されたガス生成物を図 3-2.7.2-31 および図 3-

2.7.2-32 に示す。窒素中の熱分解では、400～600℃の温度域でエステル結合やメチル基の熱分解に由来する二酸化炭素や一酸化炭素およびメタンが、550℃以上で残渣の縮重合に由来する水素が主に生成した。空気雰囲気中では 300～500℃付近でメタンや一酸化炭素が生成し、酸素によってメチル基の脱離やエステル結合の酸化分解が促進されていることが明らかである。

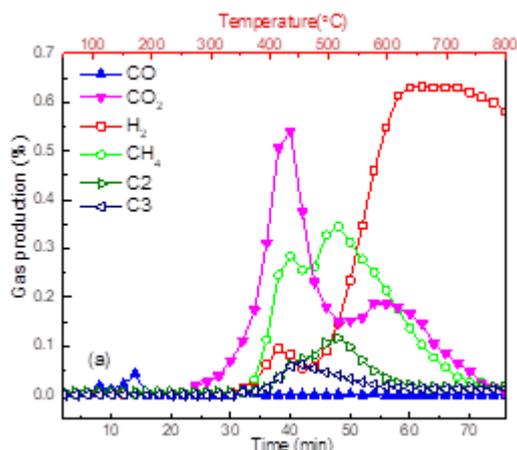


図 3-2.7.2-31 窒素中でエポキシ樹脂を熱分解した際に観測されたガス生成物

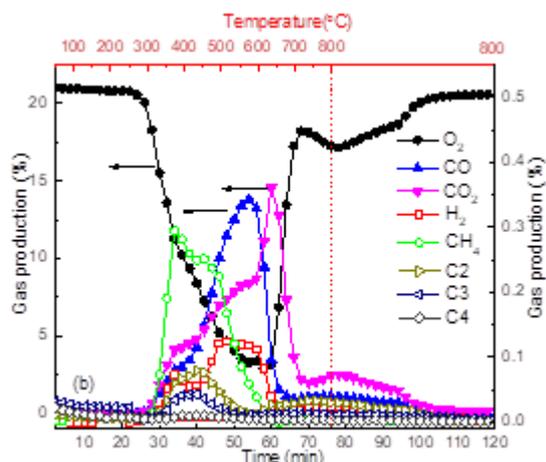


図 3-2.7.2-32 空気中でエポキシ樹脂を熱分解した際に観測されたガス生成物

(2)-2-1-3-4 CFRP から回収された炭素繊維の重量変化

試料 1（一次加熱品）を空気雰囲気中 5℃/min で昇温させた場合の試料重量の減少割合と減少速度を図 3-2.7.2-33 に示す。試料重量の減少速度は 500℃および 800℃で極大値を示し、前者は残渣の酸化反応、後者は炭素繊維の酸化反応と考えられ、残渣と炭素繊維の反応性は大きく異なり、それぞれを区別して定量できることが示唆された。

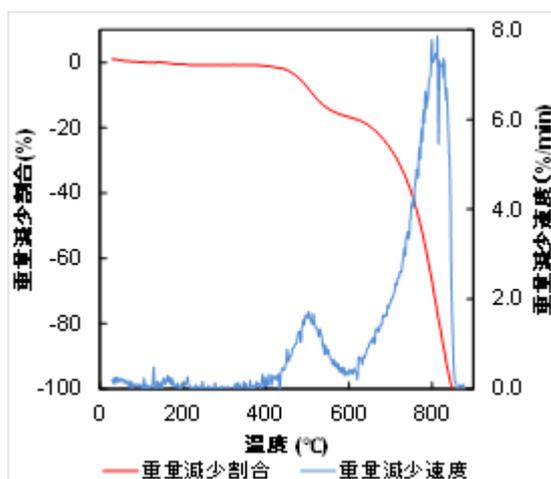


図 3-2.7.2-33 試料 1（一次処理品）の重量変化

(2)-2-1-3-5 CFRP から回収された炭素繊維のバラツキ

各試料をそれぞれ 10 個取り出し、空気を 30 ml/min 流しながら 10°C/min で加熱した場合に観測された試料重量の微分値を図 3-2.7.2-34 に示す。試料 1～4 において 520°C 付近および 820°C 付近に観測される重量変化は、それぞれ炭素繊維表面に残った炭素残渣および炭素繊維の酸化によるものと考えられる。炭素残渣の酸化反応速度が最大となる温度は試料に依存せずほぼ一定であり、残渣の酸化反応性はマトリックの種類に依存しないと考えられる。一方、変化量のバラツキは非常に大きく、炭素繊維に付着している炭素残渣の付着量が不均一であることが示唆された。炭素繊維の酸化反応が最大となる温度は、試料の種類や個体によって大きく異なり、バラツキも非常に大きい。これらの結果から、回収された炭素繊維の品質には大きなバラツキがあることが推定される。試料 6（炭素質繊維）は他のリサイクル炭素繊維とは全く異なり、600°C 付近で炭素繊維の酸化反応による重量減少が観測された。

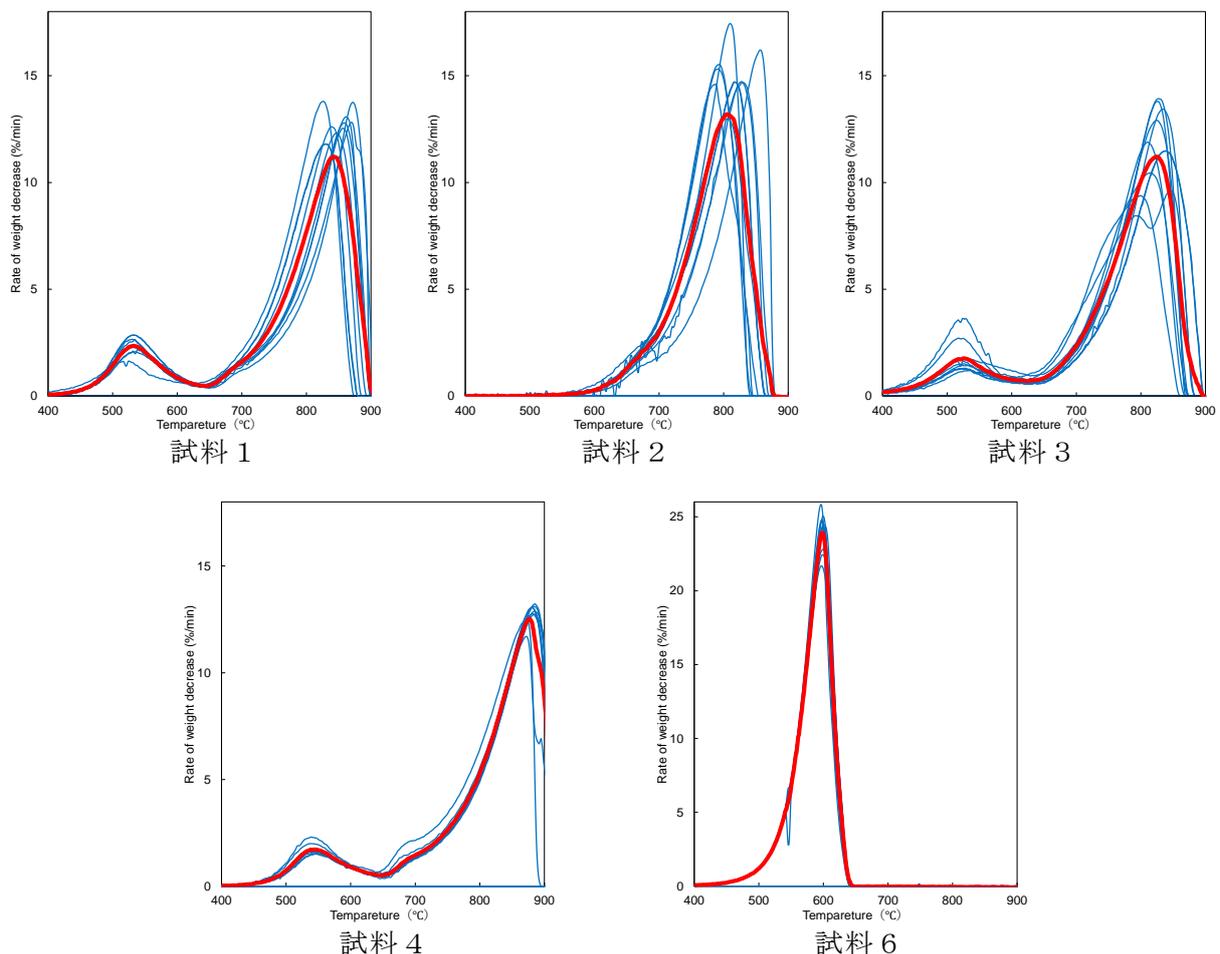


図 3-2.7.2-34 各試料を空气中 10°C/min で昇温した際の重量の微分値(赤線:平均)

(2)-2-1-3-6 CFRP から回収された炭素繊維の酸化における重量変化

試料 1（1次加熱品）を空気 30 ml/min で流しながら 360～600℃の所定の温度まで加熱し、その後一定に保持した場合（図 3-2.7.2-35）、反応初期試料重量が増加する現象が観測された。窒素中ではこのような試料重量の増加が認められないことから、炭素表面に残留している残渣が酸化されたために重量が増加したと考えられる。転化率 (X) の対数値 ($\ln(1-X)$) は、390℃までは加熱時間に対してほぼ直線的に減少し、反応温度が高くなるに従って傾きは大きくなり、酸化反応速度は温度が高くなるに従って促進されていることが明らかである。400℃～460℃では、曲線の傾きは反応時間が経過すると緩くなり、残渣の酸化反応から炭素繊維の酸化反応へ移行していることが示唆される。460℃以上では直線の傾きは反応温度が高くなるに従って増加し、炭素繊維の酸化反応が高温において促進されていることが明らかである。また反応時間が長くなると酸化反応速度（曲線の傾き）が大きくなることから、炭素繊維内部は外表面よりも酸化し易い傾向にあると考えられる。

試料 2 を空気中 450～550℃で保持した場合（図 3-2.7.2-36）、460℃までは炭素残渣に起因する重量減少はほとんど観測されなかった。460℃以上では、炭素繊維の酸化による重量減少が観測された。転化率の対数値 ($\ln(1-X)$) は反応時間と共に直線的に減少し、その傾きは反応温度が高くなるに従って増加した。

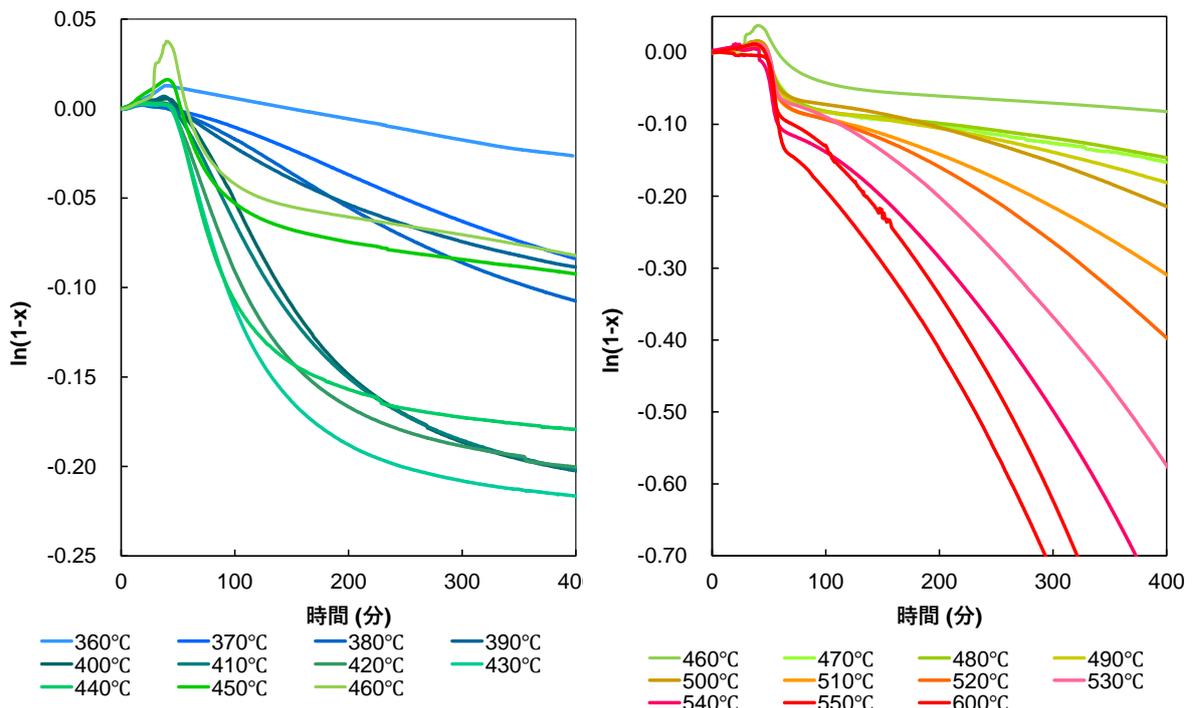


図 3-2.7.2-35 試料 1 を空気中で加熱した場合の重量変化

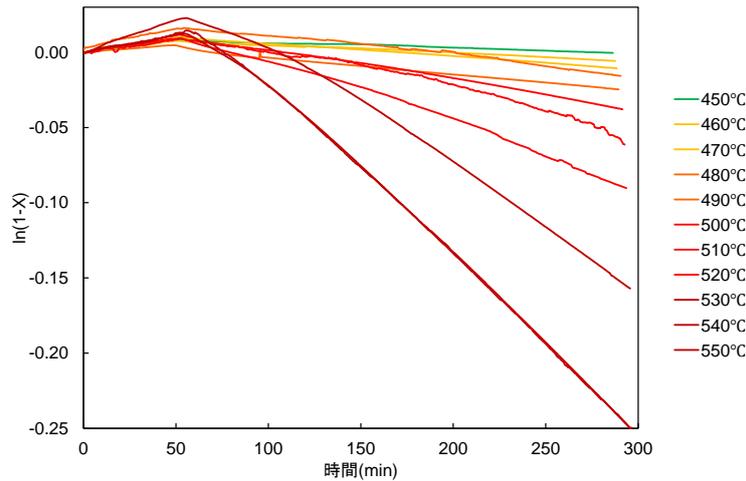


図 3-2.7.2-36 試料2を空气中で加熱した場合の重量変化

各試料を空气中 300～550℃で保持した場合（図 3-2.7.2-37～39）、460℃以下では固体炭素の酸化によって、それ以上の高温では炭素繊維の酸化によって重量減少が観測され、転化率の対数値は加熱時間に対して直線的に減少した。試料 6 は他の試料とは全く異なり、固体残渣による重量減少は観測されず、400℃以上で炭素繊維の酸化反応による重量減少が観測された（図 3-2.7.2-40）。

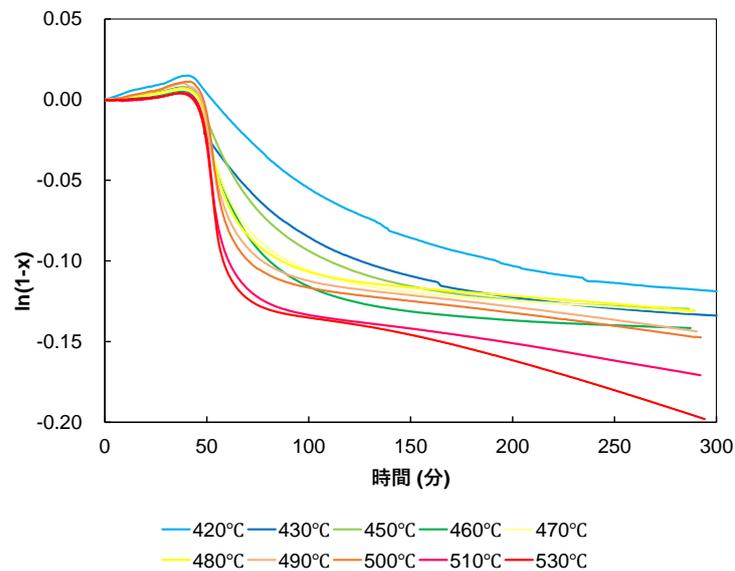


図 3-2.7.2-37 試料3を空气中で加熱した場合の重量変化

固体炭素および炭素繊維の酸化反応はそれぞれ擬一次反応と仮定することができるので、直線の傾きから各温度における反応速度 (k) を算出した。各試料のアレニウスプロットを図 3-2.7.2-41 に示す。試料 1、試料 2、試料 3、試料 4、試料 5 を空气中で酸化させた場合、反応初期（50 分）では炭素残渣の酸化反応が、一方 250 分以降では炭素繊維の酸化反応が主に観測された。

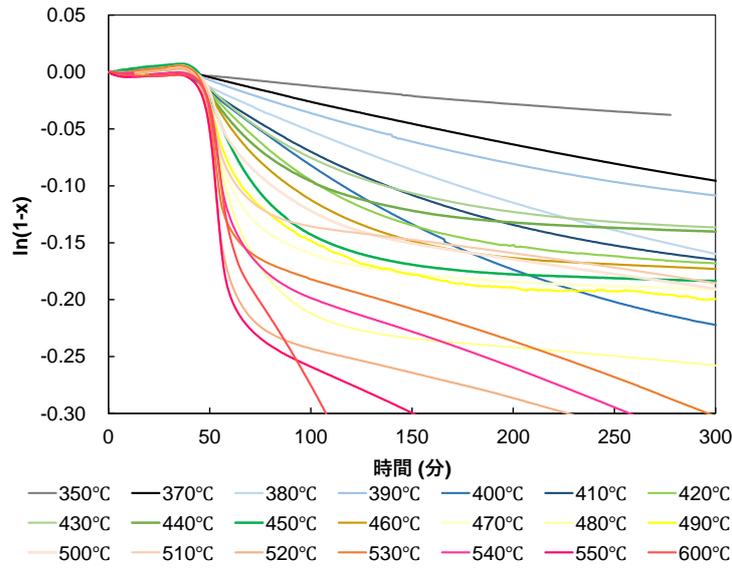


図 3-2.7.2-38 試料4を空气中で加熱した場合の重量変化

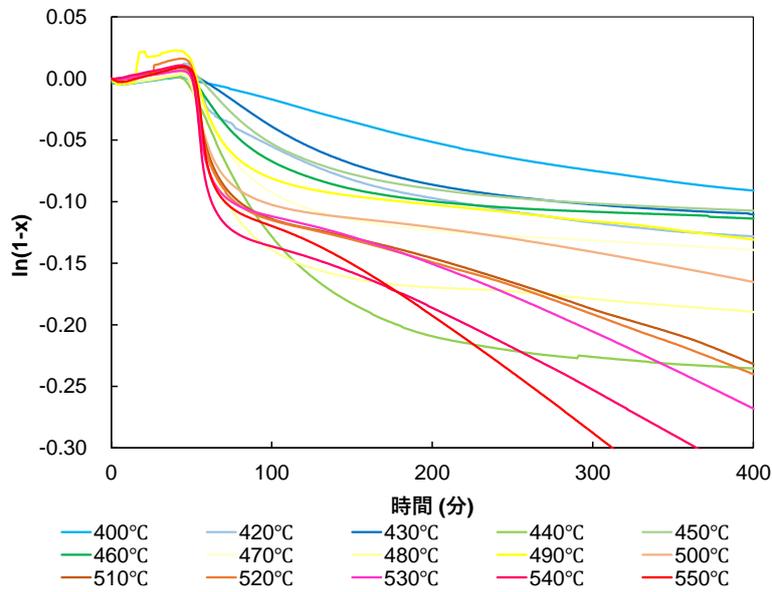


図 3-2.7.2-39 試料5を空气中で加熱した場合の重量変化

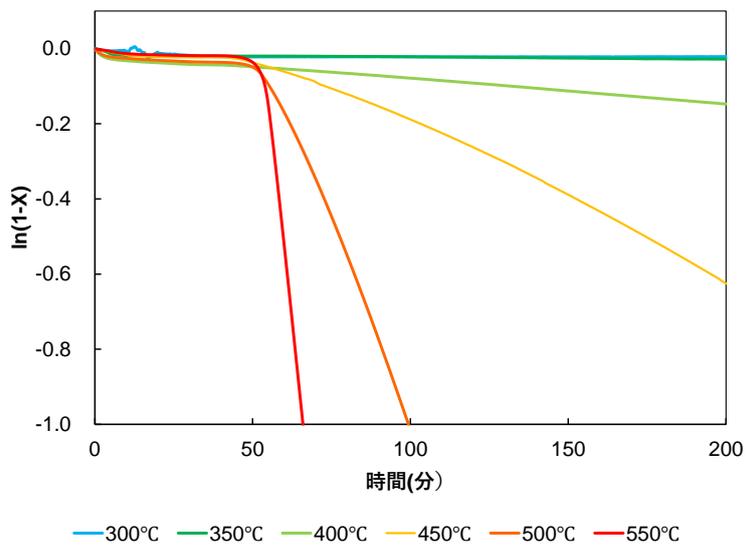


図 3-2.7.2-40 試料6を空气中で加熱した場合の重量変化

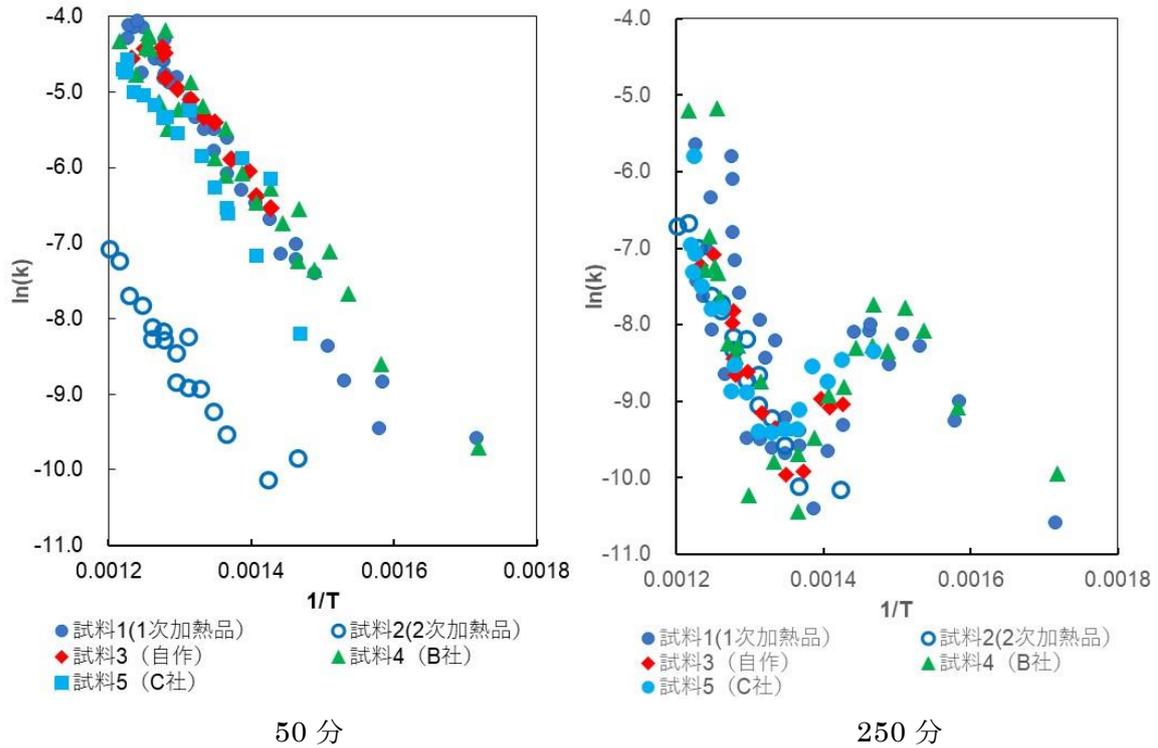


図 3-2.7.2-41 各試料の固体残渣および炭素繊維の酸化反応のアレニウスプロット

(2)-2-1-3-7 CFRP から回収された炭素繊維の酸化反応から得られた生成物

試料 0.5g を石英反応器に入れ、空気を 30cm³/min 流しながら 10°C/min で昇温させた場合に観測された一酸化炭素および二酸化炭素の生成量を図 3-2.7.2-42 に示す。試

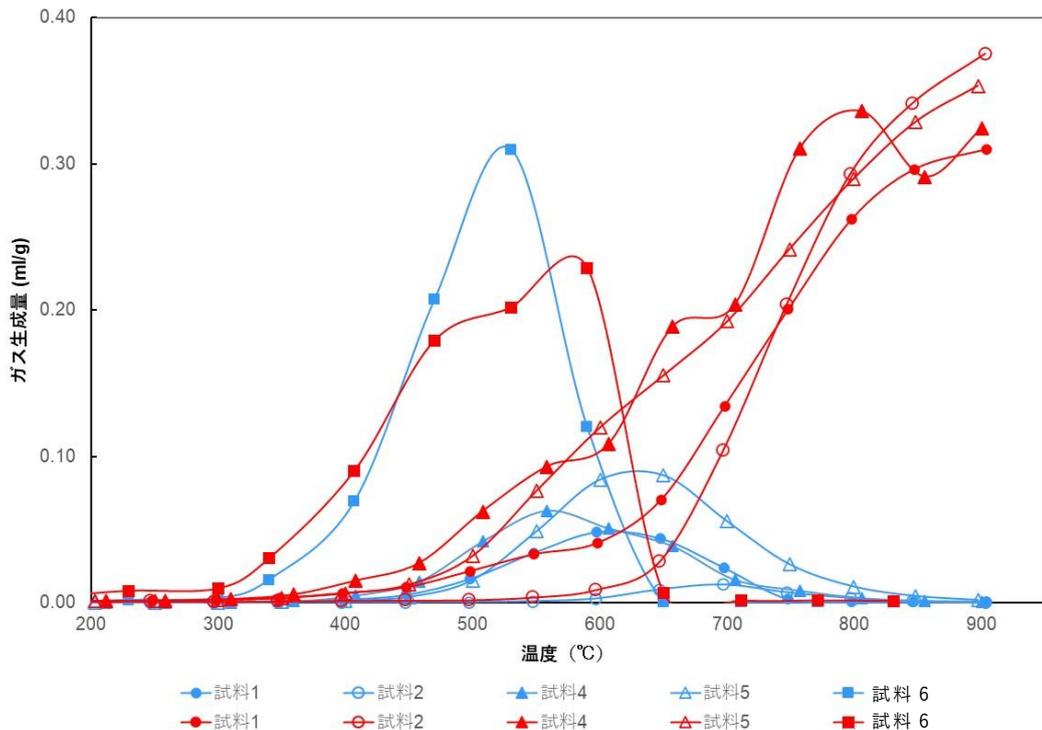


図 3-2.7.2-42 各試料の酸化反応で生成した一酸化炭素と二酸化炭素の生成量

料 1、試料 4、試料 5 では、一酸化炭素の生成量は 500℃付近で極大となった。一方、二酸化炭素の生成量は反応温度が高くなるに従って増加した。炭素残渣をほとんど含まない試料 2 の反応では、一酸化炭素の生成量は非常に小さく、650℃以上で炭素繊維の酸化反応による二酸化炭素の生成量が急激に増加した。試料 6 の反応は試料 1～5 とは全く異なり、500℃付近で一酸化炭素や二酸化炭素の生成量が極大値を示した。

閉鎖系に固体炭素、酸素および水がそれぞれ 1 mol, 0.4 mol および 0.1mol 存在した場合の平衡組成と温度との関係を図 3-2.7.2-43 に示す。室温付近では固体炭素、酸素および水はそれぞれ安定に存在するが、300℃以上では水が炭素によって水素と二酸化炭素に還元される。温度が 500℃以上では、二酸化炭素が炭素で還元されて一酸化炭素の成分が増加する。二酸化炭素と一酸化炭素ガスの組成だけと示すと、450℃付近では一酸化炭素と二酸化炭素の組成は 2.8%と 97.2%となり二酸化炭素が主成分となる。

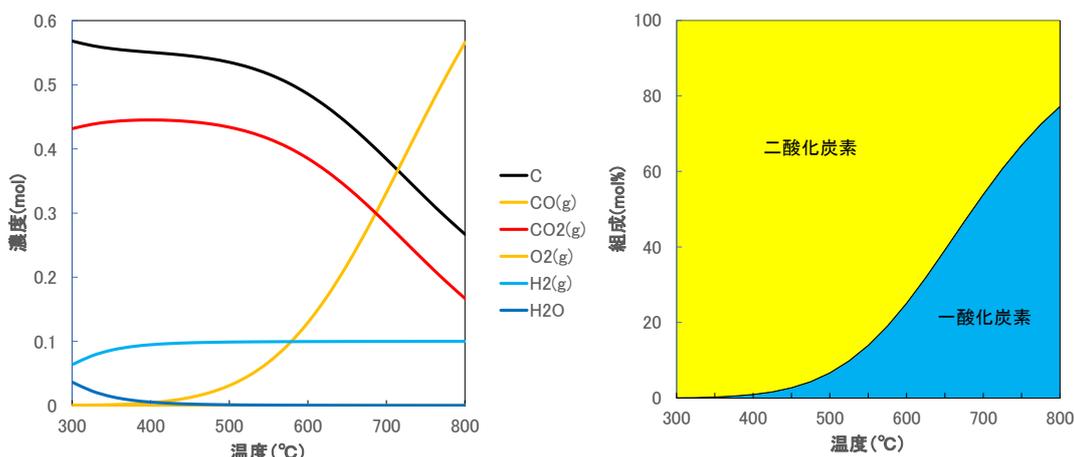


図 3-2.7.2-43 ガス生成物の平衡組成の温度依存性

本実験で試料を空气中 450℃で酸化させた場合、一酸化炭素と二酸化炭素の組成は大よそ 40%と 60%で、一酸化炭素の生成量が平衡組成に比べて非常に多い。また 800℃以上では二酸化炭素が主に生成し一酸化炭素は殆ど検出できなかった。これらの実験結果から、ガス生成物の組成は反応速度律速で得られたもので、炭素残渣の酸化反応では一酸化炭素が多く、炭素繊維の酸化反応では二酸化炭素が主に生成する反応が起きていることが明らかにされた。

(2)-2-1-3-8 炭素残渣の定量

回収した炭素繊維を空气中で加熱処理すると、炭素残渣と炭素繊維の酸化反応が並発し、重量減少から算出される転化率 (X) は式 (1) で表される。

$$1-X = \alpha \exp(-k_1 t) + (1-\alpha) \exp(-k_2 t) \quad (1)$$

X: 転化率

α : 炭素残渣の含有割合

k_1 : 炭素残渣の反応速度

k_2 : 炭素繊維の反応速度

炭素残渣の反応速度が炭素繊維の酸化速度に十分大きい場合 ($k_1 \gg k_2$)、式(1)は式(2)に単純化され、炭素残渣の反応がほぼ終了した後に観測される炭素繊維の酸化反応を表す直線の切片Bから、炭素残渣の含有割合を算出することができる。

$$\ln(1-X) = \ln(1-\alpha) - k_2 t \quad (2)$$

$$= B - k_2 t$$

$$\alpha = 1 - \exp(B) \quad (3)$$

試料1を石英反応に入れ、空気を流しながら450~480°Cの一定温度で加熱した場合(図3-2.7.2-44)、固体炭素がほぼ完全に消失したと認められる200°C以上での転化率($\ln(1-X)$)の時間変化を反応が始まったとみなされる加熱時間45分に外挿した場合の切片(B)の値から、固体残渣の重量割合は5.9%(4.5%~6.8%)と算出された。同様に試料4(図3-2.7.2-45)、試料5(図3-2.7.2-46)に含まれる残渣の割合は、それぞれ15.7%(13.7~17.4%)、8.3%(6.6%~10.3%)と求められた。

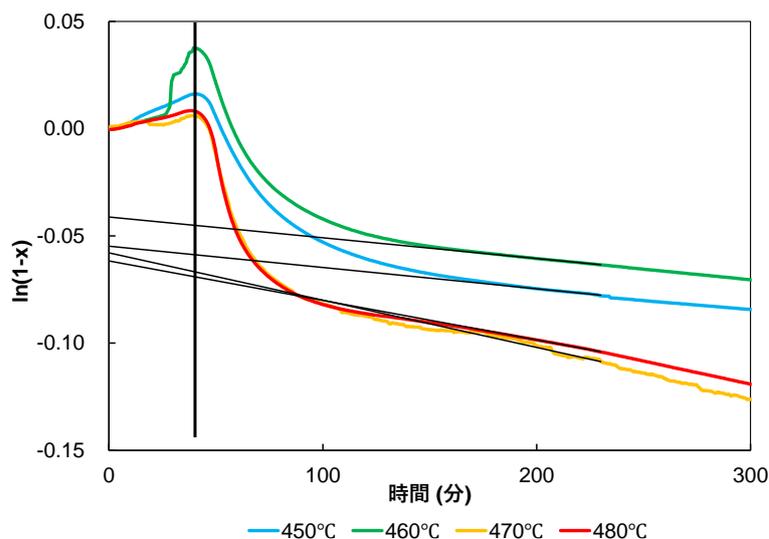


図3-2.7.2-44 試料1に含まれる炭素残渣の含有量の算出

(2)-2-1-4 まとめ

- ・回収された炭素繊維に含有している炭素残渣の割合はバラツキが大きく、多数回の測定を行う必要がある。
- ・リサイクル炭素繊維を空气中で加熱すると、350°C以上で炭素残渣の酸化が始まり、転化率の対数值($\ln(1-X)$)は加熱時間に対してほぼ直線的に減少した。
- ・400°C~500°Cでは炭素残渣と炭素繊維の酸化反応が並発し、500°C以上では炭素繊維の酸化反応が主に観測された。
- ・炭素残渣と炭素繊維の酸化反応では、前者からは一酸化炭素が比較的多く、後者からは二酸化炭素が主に生成した。

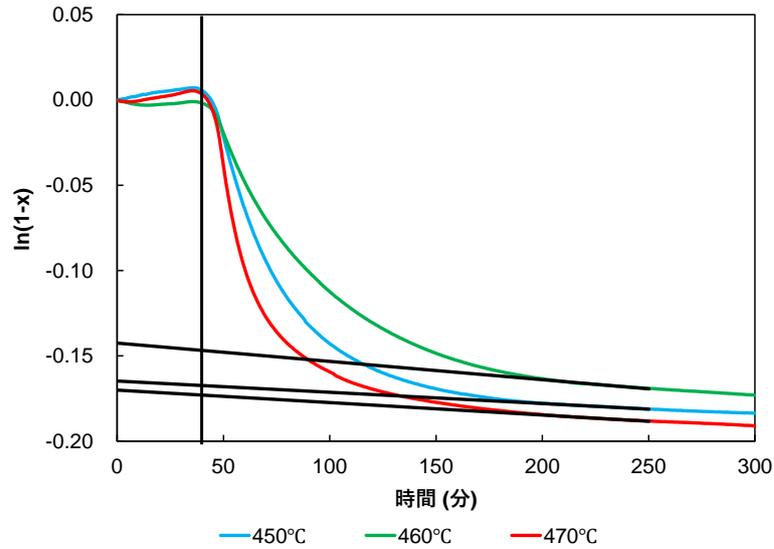


図 3-2.7.2-45 試料 4 に含まれる炭素残渣の含有量の算出

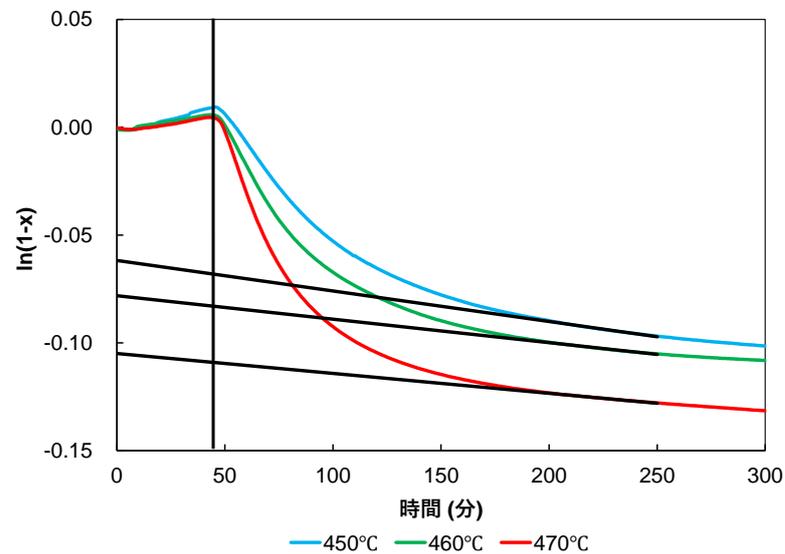


図 3-2.7.2-46 試料 5 に含まれる炭素残渣の含有量の算出

- ・ 熱天秤を用いて試料の重量減少から、試料 1、試料 4、および試料 5 の固体残渣の重量割合はそれぞれ 5.9%、15.7%、8.3%と求められた。

(2)-2-2 不純物元素分析技術の開発

(2)-2-2-1 緒言

リサイクル炭素繊維には、CFRP 等の廃棄回収後のリサイクル材に残留する不純物元素や廃棄回収操作時に混入する金属粉、ガラス繊維、ほこりなどに由来する不純物元素が含まれる可能性が考えられる。このためリサイクル炭素繊維の利活用のためには、環境規制対応および素材評価の面で不純物元素の管理が必要となる。環境規制の面では、例えば RoHS 規制対象の水銀、鉛、臭素といった有害元素の管理が必要であり、また、素材評価の面ではアルカリ金属や鉄など微量元素の管理が必要となると考えられる。本研究では、これらの不純物元素の管理に資するリサイクル炭素繊維中の不純物元素の分析法を開発する。開発する分析法は、不純物元素の揮発性に応じた適

切な分析前処理法を開発し、誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)による多種類の元素の一斉検出法と組み合わせる手法を確立するものである。

不揮発性元素の分析前処理法は、マイクロ波分解法によるリサイクル炭素繊維を分解する方法で、この前処理により分析対象元素を溶液中に移行した後に ICP-MS 装置に導入して分析する。また、揮発性元素の分析前処理法は、熱分解法によるリサイクル炭素繊維中の揮発性元素を気化し、ICP-MS 装置に導入して分析する。図 3-2.7.2-47 に各分析法の概要を示す。

本研究では最初に分析前処理法について検討した。不揮発性元素分析法については、マイクロ波分解法によるリサイクル炭素繊維の分解条件を検討し、また、揮発性元素分析法については、熱分解法によるリサイクル炭素繊維からの元素の気化条件を検討した。次にこれらの前処理法によって得られた rCF から分解した元素を ICP-MS で検出できる方法を検討し、不純物元素分析の原理手法を確立した。さらに、この原理手法を基に試料および元素の適用範囲の拡大、定量性の向上、および分析法の迅速化などを図り、rCF 実サンプルへの適用可能性の評価、および分析法の正確性の評価を行った。これらの検討結果から分析条件を最適化し、リサイクル炭素繊維の不純物元素分析法を確立した。

(2)-2-2-2 不揮発性不純物元素分析法の開発

(2)-2-2-2-1 マイクロ波分解/誘導結合プラズマ質量分析法による分析原理の検討

マイクロ波分解法を分析前処理法として利用して、rCF 中の不純物元素を溶液中に移行した後、ICP-MS 装置に導入して溶解した不純物元素を分析する手法について検討した。マイクロ波分解についてはフッ酸を用いずに分解する条件を検討した。フッ酸を用いたマイクロ波酸分解では、分解後に残留フッ酸が ICP-MS 装置のガラス製の試料導入部の劣化や ICP-MS 測定に影響を与えるため、分解後に蒸発除去やほう素化処理などの後処理が必要となり、この後処理は元素の損失や汚染の原因となり、操作も長時間・煩雑である。また、試料導入部に白金やテフロン製の耐フッ酸製器具を用いると直接導入が可能であるがこれらの器具は極めて高価である。一方、本研究のフッ酸フリーマイクロ波分解法は、マイクロ波分解した溶液を ICP-MS 装置に直接導入することが可能であるため、簡便かつ損失や汚染を低減した条件でリサイクル炭素繊維中の不純物元素を分析することが可能であると考えた。

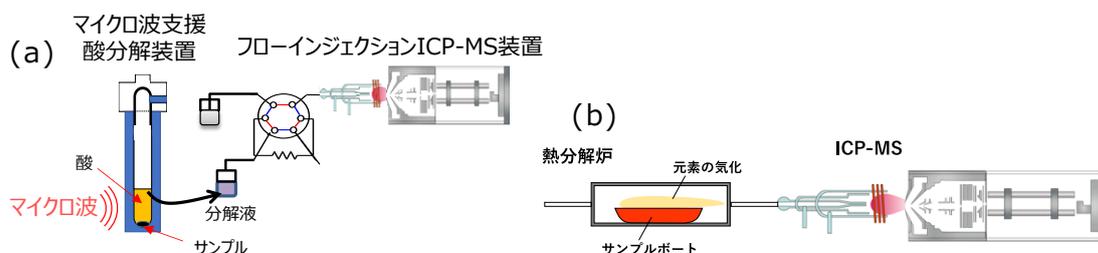


図 3-2.7.2-47 (a)マイクロ波支援酸分解/ICP-MS による不揮発性元素分析法 (b)熱分解/ICP-MS による揮発性元素分析法の概要

本研究では硝酸および過酸化水素を分解試薬として用いて、かつ高温でマイクロ波分解処理を行うことで、フッ酸を使用せずに CF および rCF 試料を分解できる条件を検討した。また、この分解の評価を行うためマイクロ波分解液を ICP-MS 装置に導入し元素分析を行った。最初に CF 試料を試験対象試料とした。CF は難分解性であるため、マイクロ波分解反応の温度を高温化することで、CF および不純物元素の回収率の向上を図った。結果を図 3-2.7.2-48 に示す。

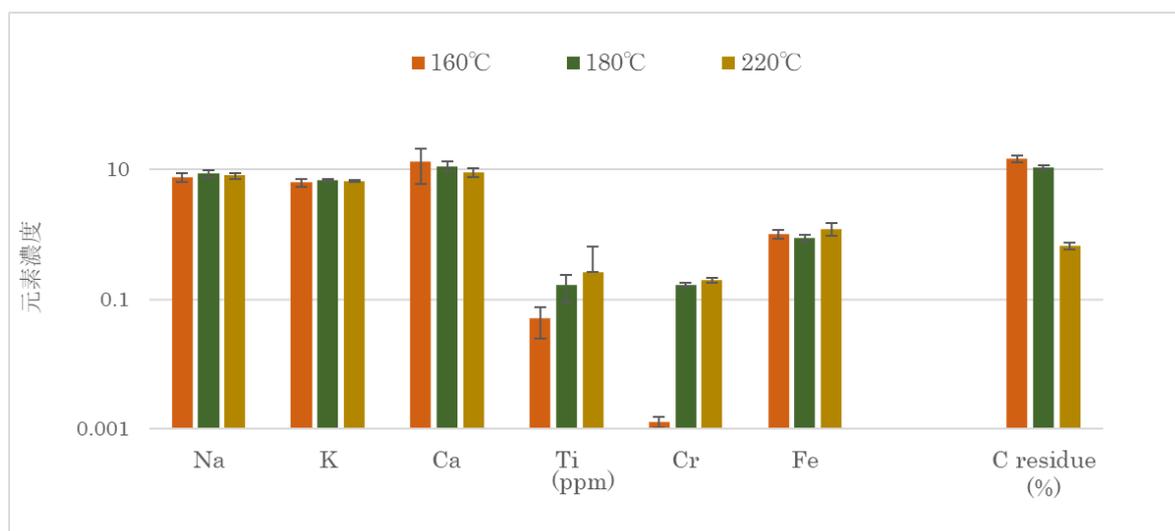


図 3-2.7.2-48 CF のフッ酸フリーマイクロ波酸分解の温度依存性

マイクロ波温度を 220°C まで上昇させると CF 由来の残留炭素濃度が減少し 1% 未満となった。また、この他に試験に供された rCF 試料の一次処理および二次処理した 7 種類の試料が分解できる条件を検討したところ、ボールミルで粉砕した試料形態では、220°C の分解条件下で約 1.5 時間で可溶化することを確認した。以上の事から CF や rCF 中の難分解性の炭素繊維本体およびサイディング剤等の有機炭素はほとんど分解したと考えられた。

次に、CF 中の不純物元素分析について検討した。マイクロ波分解温度を上昇させると、ナトリウム、カリウム、カルシウム、鉄の分析濃度値はほとんど変わらなかったのに対して、クロムおよびチタン濃度値が増加する傾向が観測された。最高温度の 220°C 条件では、CF に含有するナトリウム、カリウム、カルシウム、鉄、クロムの濃度が昇温に対して増加し 220°C でほぼ一定となったことから、CF がほぼ分解後にこれらの不純物元素も可溶化したと考えている。一方、チタンの濃度値は温度上昇に対して増加傾向が継続しているため、220°C であっても未溶解のチタンが存在する可能性は否定できず、定量性の確保は保証できないと考えられる。また、ICP-MS 分析の観点からは、高温マイクロ波分解処理は ICP-MS 分析時の妨害原因となる残留炭素量を低減していることから、分析の正確性や安定性の確保に貢献していると考えられる。

(2)-2-2-2-2 元素汚染を抑制した rCF 試料の分析試料調製法の開発

次に、rCF 分析前の試料調製法の元素汚染の低減について検討した。rCF 試料を分

析する場合、試料の一部を分取する必要がある。また、試料形態によっては分解を促進するため試料を切断や微粒子化する必要がある。この操作はハサミやボールミルなど器具由来の元素汚染の危険性がある。そこで分取の最初の操作となる試料切断の汚染を抑制するため、非金属製ハサミによる切断法と、レーザー光による切断法の元素汚染評価を行った。ハサミはセラミックス製を、また、レーザー光は赤外(1060 nm)レーザー光を用いた。試料は rCF 不織布試料を 5mm 角に切断し、これを本研究法であるマイクロ波酸分解/ICP-MS で元素を分析した。切断した試料を図 3-2.7.2-49 に示す。また、元素分析の結果を図 3-2.7.2-50 に示す。非金属製ハサミによる切断法は、非接触型のレーザー切断法とほぼ同じ元素濃度であったことから、この非金属製ハサミ切断法は元素汚染が少なくかつ安価・簡便に切断できる方法と考えられた。

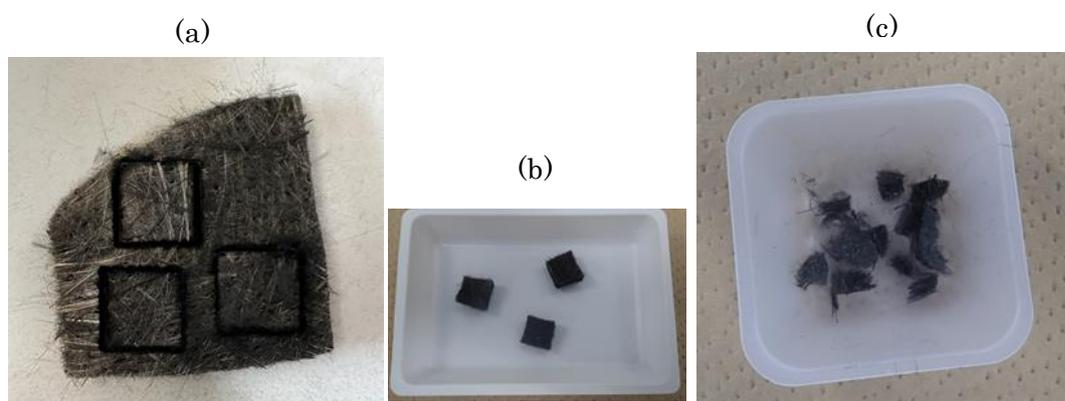


図 3-2.7.2-49 rCF 試料のレーザー切断(a, b)およびハサミ切断(c)

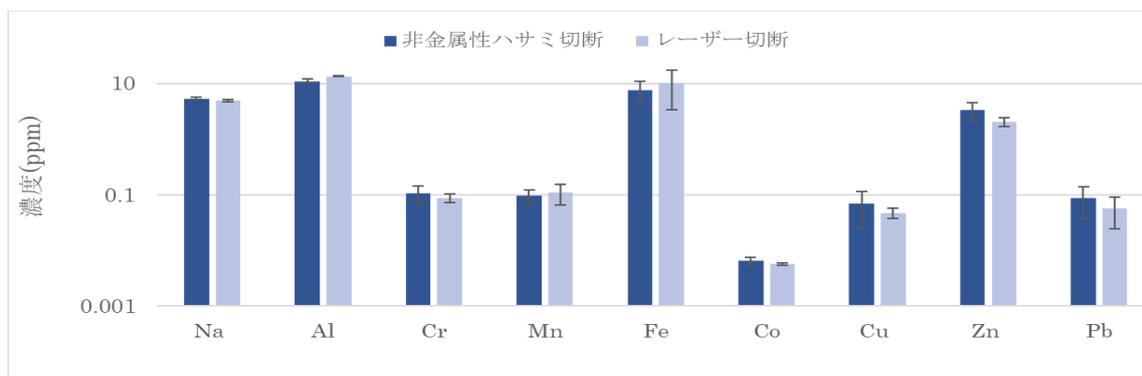


図 3-2.7.2-50 レーザー切断および非金属ハサミ切断条件での rCF の不純物元素分析

(2)-2-2-2-3 rCF 実サンプルへの適用性評価

開発した分析法について、5種類の rCF 実サンプルへの適用可能性について評価した。分析では、操作による汚染をできる限り抑制するため、可能な場合は rCF サンプルをそのまま分析に供した。ただし形状が大きすぎる場合には、非金属性ハサミで切断した試料を用いた。不揮発性元素の分析は、分析前処理はマイクロ波支援酸分解法を用いて rCF 試料を分解し、この分解液を ICP-MS 測定した。分解条件を最適化することで、rCF の粉碎等を行うことなく、最低限の操作での分解を可能となった。な

お、rCF の試料の一部を採取してそのまま分析しているため、今回報告する分析値はあくまで一例であり、各 rCF の代表値としては保証されない。

rCF 試料中の不純物元素含有濃度の結果を図 3-2.7.2-51 に示す。今回の試料で検出した元素はアルカリ金属、アルカリ土類金属、アルミニウム、および重金属の 16 元素であった。また、各元素濃度を現時点で検証した範囲での暫定的な定量法により測定したところ、0.011ppm~450ppm と広範囲の濃度域で、かつ試料毎に大きく異なっていた。ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウムといったアルカリ金属およびアルカリ土類金属の軽元素に加えて、アルミニウムおよび鉄の濃度が高く 1~100ppm レベルであった。一方、鉄を除く重金属元素は濃度が低くおおむね 0.01~1ppm レベルであった。また、各元素の濃度は試料によって大きく異なり、今回測定した元素の合計濃度(図 3-2.7.2-51 の sum)は、40ppm~1056ppm と約 26 倍の濃度差があった。

また、各試料についての繰り返し分析結果のから得られた相対標準偏差(RSD)を図 3-2.7.2-52 に示す。各元素分析の RSD 値は 5%~172%と広範囲であり、かつ試料毎に

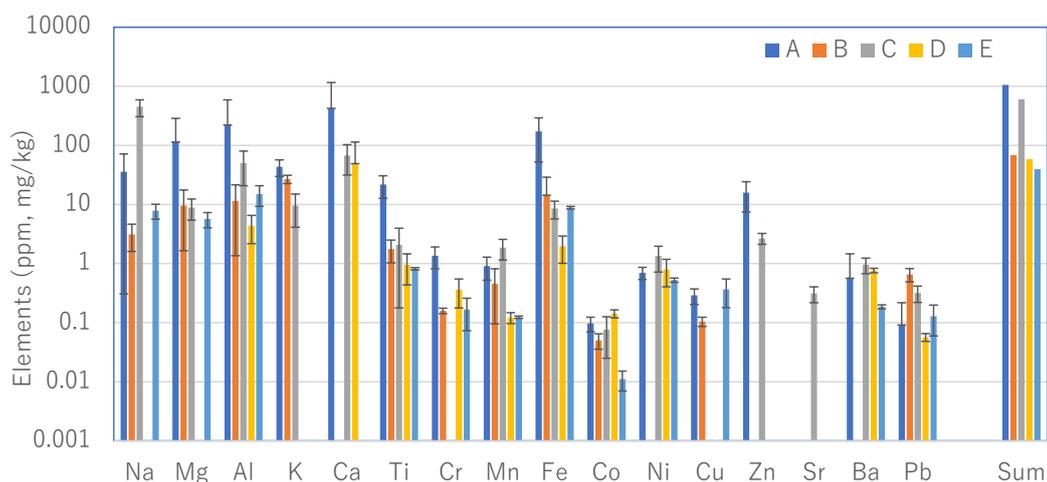


図 3-2.7.2-51 マイクロ波分解/ICP-MS によるリサイクル炭素繊維中の不純物元素の分析結果 (分析回数 3 回)

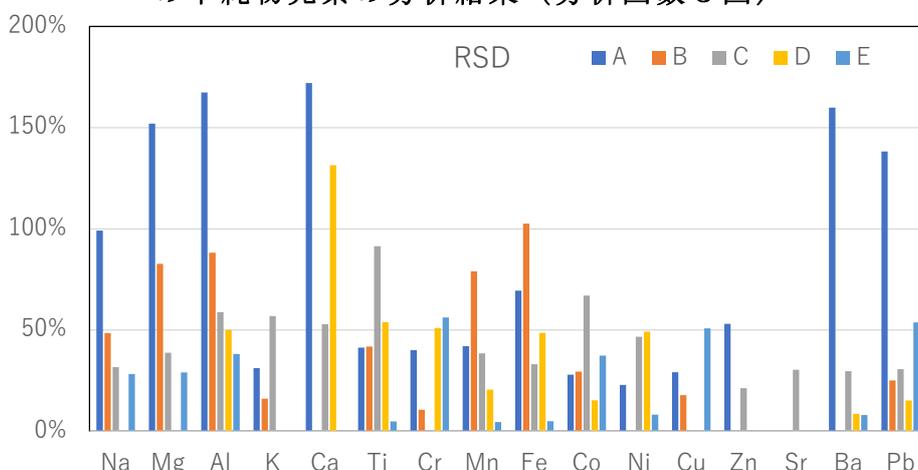


図 3-2.7.2-52 マイクロ波分解/ICP-MS による不純物元素分析の相対標準偏差 (分析回数 3 回) (分析回数 3 回)

大きく異なった。全体の傾向としては、ばらつきは試料および元素に大きく依存していた。例えば、試料 A は他の試料と比較してばらつきが大きい元素が多かった。また、元素の種類によってばらつきは大きな差があり、試料 A ではナトリウム、マグネシウム、アルミニウム、カルシウム、鉛などのばらつきが非常に大きい一方、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛などの重金属類は他の試料と同程度に小さかった。一方、試料 E は全体的にばらつきが小さく、かつばらつきの元素間の差も小さかった。なお、分析法自身の精度については、元素濃度が均一な試料は 10%以下となっており(例:試料 E の鉄、ニッケルなど)、高精度な分析の可能性があると考えている。

(2)-2-2-2-4 マイクロ波酸分解後の ICP-MS による元素測定の正確性の評価

次に、本研究法であるフッ酸フリーマイクロ波支援酸分解法/ICP-MS によって得られる分析値(不純物元素濃度)の正確性を検証するため、最初に、rCF 試料のマイクロ波分解後に元素測定を担当している ICP-MS の正確性を検証した。ICP-MS と異なる元素測定の原理である ICP 発光分析法との比較検証を行った。rCF 試料の不純物分析結果を図 3-2.7.2-53 に示す。

本研究法のマイクロ波酸分解/ICP-MS 法は、マイクロ波酸分解により分解・溶液化した rCF 試料に含まれる各元素をイオン化して質量数別に分離して検出する。一方、測定原理が異なる検証用分析法であるマイクロ波酸分解/ICP 発光分析法は、分解・溶液化した rCF 試料に含まれる各元素を原子化・イオン化させることで得られる元素固有の発光線を波長別に分離検出する。上記の図(b)で示されるように、本研究法のマイクロ波酸分解/ICP-MS 法による分析値は、アルカリ金属、アルカリ土類金属、軽金属(アルミニウム)、重金属(銅、鉄、亜鉛、マンガン)の 9 元素についてマイクロ波酸分解/ICP 発光分析法による分析値との比率は 90~110%とほぼ良い一致を示したことから、開発中のマイクロ波酸分解/ICP-MS 法の分析正確性は広範囲の元素種で比較的高いと考えられる。

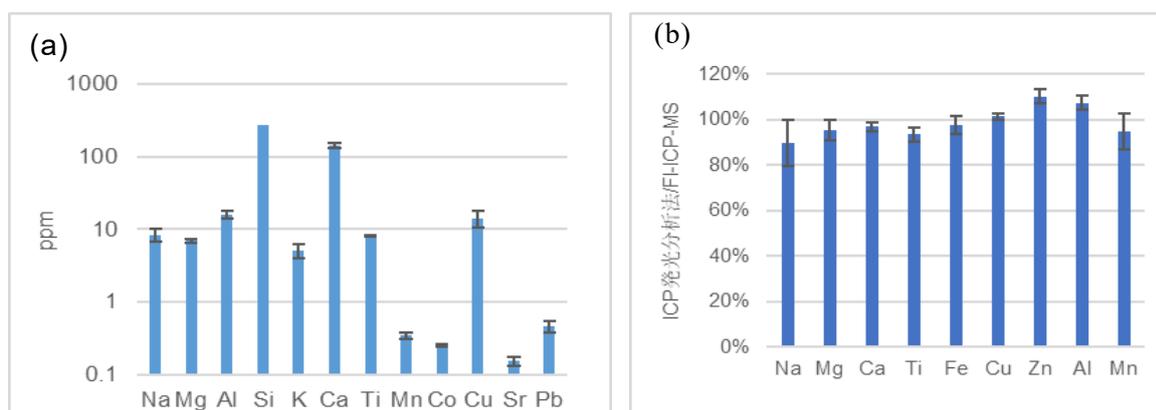


図 3-2.7.2-53 (a)マイクロ波酸分解/ICP-MS 法による不揮発性不純物元素の分析例 (b)マイクロ波酸分解/ICP 発光分析法との比較

(2)-2-2-2-5 マイクロ波分解による分析前処理法の正確性の評価

次に、フッ酸フリーマイクロ波支援酸分解法/ICP-MS の分析前処理法の正確性を検証するため、フッ酸フリーマイクロ波支援酸分解法と他原理法となるフッ酸使用マイクロ波酸分解処理法との比較検証を行った。CF および rCF 試料にガラス成分が残留することも想定されるため、ケイ酸塩の分解およびこれに結合する元素の溶解も行う必要がある。そこでフッ酸フリー法の分解力および元素溶解力を確認するため、ケイ酸塩の分解力が高いフッ酸を使用したマイクロ波酸分解法と比較を行った。分析操作は、本研究法のフッ酸フリー分解法は硝酸および過酸化水素を分解試薬として rCF 試料を分解し、その分解溶液を ICP-MS 分析に供した。一方、フッ酸使用分解法は硝酸および過酸化水素にフッ酸を添加した分解試薬条件下でマイクロ波分解を行った後、ICP-MS 分析に供する前にホットプレート法による蒸発を行いフッ酸を除去した。その後、希硝酸で再溶解し ICP-MS 分析に供した。これは通常の ICP-MS 装置の試料導入部はガラス製であるため、フッ酸による損傷および元素汚染が生じるため除去操作が必要となるためである。分析試料は分解性能および元素汚染の比較評価を行うために難分解性で元素濃度が低い CF を用いた。不純物元素分析の結果を図 3-2.7.2-54 に示す。不純物元素の中で高濃度なナトリウム、カリウム、カルシウムから低濃度のストロンチウムやバリウムまでのアルカリ金属、アルカリ土類金属類の元素濃度は、フッ酸フリー分解法はフッ酸使用分解法とほぼ同等であった。一方、低濃度の重金属類(クロム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅)、およびケイ素はフッ酸フリー法のみ定量が可能であった。また、CF 試料を含めない分解試薬の空試験の結果から、重金属の分析においてフッ酸フリー法はフッ酸使用法よりも元素汚染が低かった。以上の結果から、フッ酸が無くてもフッ酸フリー法は十分な CF 分解力と元素溶解力を有しており、かつ低濃度元素の重金属分析において汚染が抑制されているため定量が可能となったと考えられた。また、ケイ素についてはフッ酸フリー法のみが検

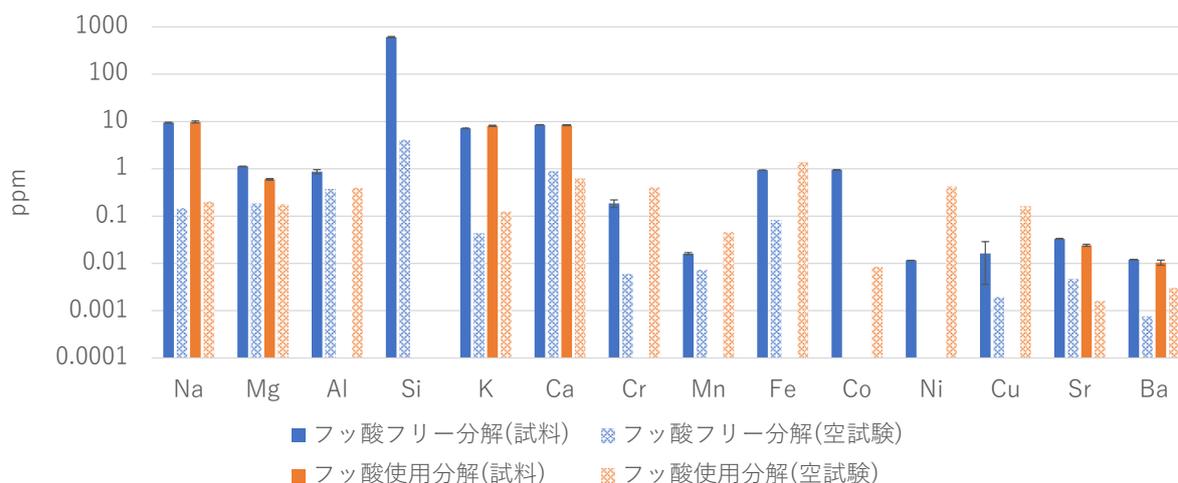


図 3-2.7.2-54 フッ酸フリー分解法およびフッ酸使用分解法による CF 不純物元素分析

出可能であった。このことはフッ酸が存在しなくても CF 中のケイ素が溶解する可能性があることが示唆される。一方、フッ酸使用法ではケイ素は溶解するが、後処理の蒸発操作時に除去され検出下限以下となったと考えられる。CF 中のケイ素分析についてはフッ酸フリー法が有利で定性分析は可能と考えられるが、定量分析についてはフッ酸使用法以外の他の原理の分析法との比較など今後更なる検証が必要である。また、分析操作の観点からは、フッ酸フリー法はフッ酸使用法と比較して蒸発操作などが不要であるため、より簡便かつ迅速に分解が可能と考えられる。

(2)-2-2-2-6 不揮発性不純物元素分析法における元素保存性の評価

本研究の不揮発性元素分析法の分析操作により rCF の元素の損失や汚染が無いか確認するため試料として CF を用いて添加回収試験を行った。添加回収試験は既知量の分析対象元素を添加してからマイクロ波酸分解を行い、分解溶液の ICP-MS 分析を行った。回収率は添加試料と無添加試料の分析値の差分により計算されるため、元素添加量は無添加試料の分析濃度値のばらつきが分析値に影響が無いような濃度レベル(添加後の CF 元素濃度は 10ppb~10ppm)に調整した。結果を図 3-2.7.2-55 に示す。軽元素から重元素まで 16 元素の回収率は 100% 近く、本分析法の分析操作による元素の損失や汚染は生じずに定量分析が可能と考えられた。

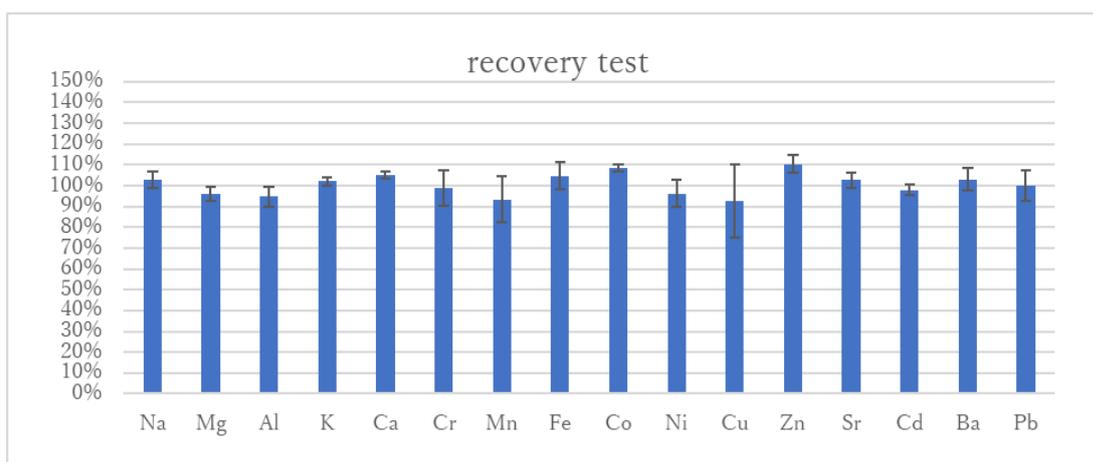


図 3-2.7.2-55 不純物元素分析法の添加回収試験結果 (分析回数 3 回)

(2)-2-2-2-7 不揮発性不純物元素分析の効率化

上述のように rCF の実サンプルは様々なものがあり、また、不純物元素の含有濃度に大きなばらつきがあるサンプルも存在することから、不純物分析法についてもできるだけ多量・多数の試料の分析を効率化できる方が望ましい。不揮発性元素分析のマイクロ波酸分解/ICP-MS 法において、ボトルネックとなるマイクロ波酸分解の効率化を図るため、加圧マイクロ波分解装置を導入し、マイクロ波反応の温度を上昇させ rCF 試料の分解の効率化を検討した。マイクロ波分解容器の外側から窒素ガスによる加圧を行いつつ、分解容器にマイクロ波を照射することで、温度を 250°C 以上に昇温することが可能となった。マイクロ波分解において分解容器内の酸の温度が上昇し、

その蒸気により内圧が増加するが、非加圧型マイクロ波分解装置の場合は分解容器の耐圧が上限となるため温度上限が 220℃に限られていた。一方、加圧型マイクロ波分解装置の場合は、分解容器の外部からガスで加圧して分解容器内外の圧力差を低減することで、昇温による分解容器の内圧の許容範囲が拡大される。加圧型マイクロ波装置の条件を検討した結果、フッ酸フリーマイクロ波分解条件で 280℃に昇温することが可能となった。この高温条件下での難分解性の CF 試料の分解効率は、非加圧型マイクロ波分解条件と比較して 5.0 倍となった。この分解効率の向上は rCF 試料の分析の迅速化につながり、また、分析試料の多量化を可能にすることからばらつきが多い rCF サンプルの分析や低濃度の元素の分析にも有用と考えている。一方、CF 自身のマイクロ波吸収により分解容器が局所的に高温加熱されるため、複数の rCF 試料を分解した場合は、分解容器への熱伝導による加熱影響が大きくなり、条件によっては分解容器の劣化も観測された。したがって、加圧マイクロ波分解法については、迅速かつ安全に分解処理が行えるように条件を更に検討を進めていく必要があると考えられた。

(2)-2-2-3 揮発性不純物元素分析法の開発

リサイクル炭素繊維に含まれる揮発性元素を分析するため、試料を加熱し ICP-MS へ導入することによる分析方法を検討した。加熱方法としてはレーザーを用いた直接加熱法と、誘導加熱や抵抗加熱を用いた外部加熱法の 2 方法について検討を行った。

(2)-2-2-3-1 直接加熱式熱分解/ICP-MS による揮発性元素分析原理の検討

リサイクル炭素繊維に含まれる揮発性元素のため、直接加熱式熱分解装置と ICP-MS 装置と接続する直接式熱分解/ICP-MS による分析について検討を行った。直接加熱式熱分解/ICP-MS では、レーザー照射により rCF の蒸発温度以上まで高速で加熱することで、揮発性元素と共に固体試料全量の気化を行うことができる。直接加熱式熱分解/ICP-MS の概略図を図 3-2.7.2-56 に示す。

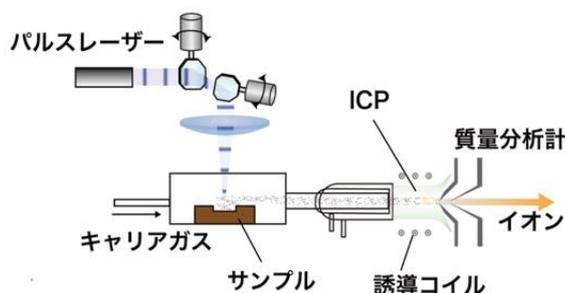


図 3-2.7.2-56 直接加熱式熱分解/ICP-MS 装置

直接加熱式熱分解/ICP-MS による 4 種類の元素の検出信号例を図 3-2.7.2-57 に示す。綿状の rCF 試料の定性分析では、レーザーを 70 秒間照射することで rCF 試料は分解気化し臭素および鉛を検出することができた。カドミウム、水銀は検出可能であるが、この試料に含まれる量が少なく検出されなかったと考えられる。

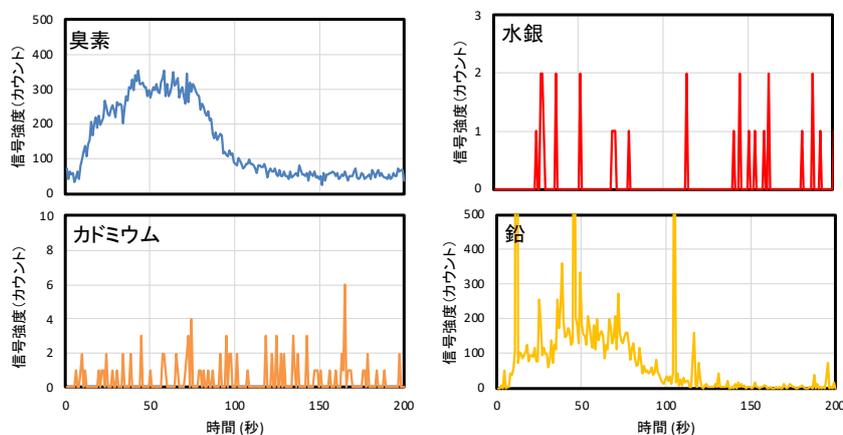


図 3-2.7.2-57 直接加熱式熱分解/ICP-MS による不純物元素の検出例

(2)-2-2-3-2 直接加熱式熱分解/ICP-MS のための試料調製方法

リサイクル炭素繊維は様々な形状（綿状、繊維束、粉末など）が存在するため、実試料への適応範囲を広げるためには、試料形状を光加熱式熱分解/ICP-MS に適した形に調製すると同時に、濃度校正用の標準試料についても調製する必要がある。そのため、試料調製及び濃度校正用標準物質の調製方法について検討を行った。

rCF 試料は粉砕によって粉末化したのち加圧成形することで、固体ペレットとすることで、試料形態を統一することを検討した。粉砕ではボールミルによる粉砕によって、1 mm 以下の微粉末にすることができた。炭素粉末の物理特性や粒径によっては加圧成形でのペレット化が困難である場合を考慮し、蛍光 X 線分析で用いられるセルロースをバインダーとして添加する方法を選択した。ペレット化には $\phi 10$ mm 金型を用い、1 t の加圧を行うことでペレット化を行った。

ペレット状に成形した rCF の定量分析では、同様のペレット状の元素濃度標準物質が必要となる。そのため、rCF を模した高純度炭素粉末へ金属元素溶液を添加することによる調製を検討した。プラスチック製容器に秤量した炭素粉末とセルロースを重量比 1:1 で混合し、硝酸に溶解した元素溶液を添加した。溶液を添加した粉末はホットプレートで乾燥し添加元素を含む粉末を調製した。完全に乾燥した粉末を容器内で攪拌し均一化したのち、一軸加圧成形によりペレット化を行った。水銀などの揮発性元素はホットプレートでの加熱により蒸発損失する可能性がある。そこで損失の有無を確認するため、各試料に固体換算で $10 \mu\text{g/g}$ となるように水銀溶液を添加した粉末を加熱しペレット化した試料を光加熱式熱分解/ICP-MS を用いて測定し蒸発損失の影響を調査した（図 3-2.7.2-58）。無添加試料では水銀は検出されなかった。水銀添加し

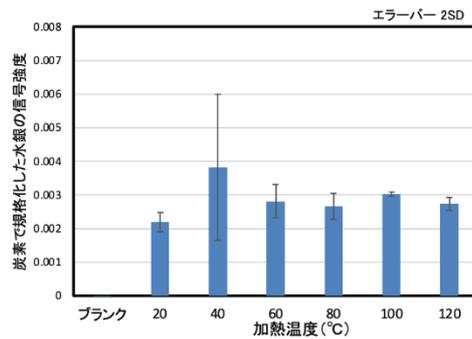


図 3-2.7.2-58 標準ペレット試料調製における乾燥温度の影響

た試料について、乾固温度を 20°C から 120°C までの範囲で有意な蒸発損失は確認されなかった。したがって、120°C 以下での乾固では水銀は損失しないと考えられる。

次に、添加濃度を系統的に変化させた標準ペレットを調製し光加熱式熱分解/ICP-MS により測定した。水銀及び鉛についてブランク試料（元素溶液を添加していないペレット）を切片とした最小二乗法により作成した検量線を図 3-2.7.2-59 に示す。水銀、鉛に関して、10 µg/g ~ 10 ng/g の範囲で $R^2 = 0.9$ 以上の直線性が得られており、仕込み量に応じた元素の添加に成功した。

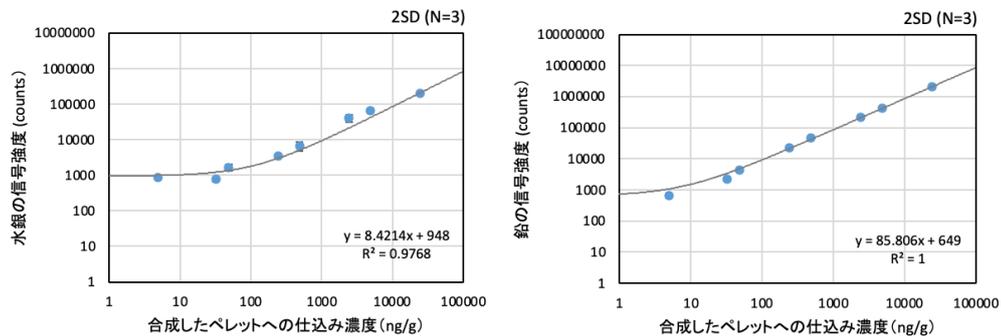


図 3-2.7.2-59 標準ペレット試料による水銀および鉛の検量線

最後に、同時に添加した 29 元素に関して測定を行った。結果を図 3-2.7.2-60 に示す。元素ごとに濃度レベルは異なるものの、カルシウムと鉄を除いた 27 元素に対して 10 µg/g 以下のバックグラウンド相当濃度が得られた。したがって、本合成方法では µg/g レベルでの標準試料の調製が可能であることが示された。本標準試料は直接加熱式熱分解/ICP-MS による多元素の定量分析に利用可能である。

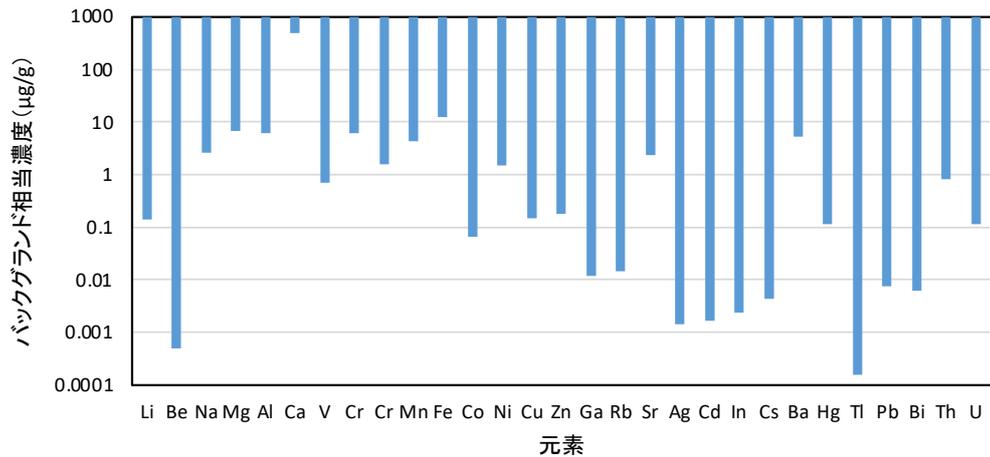


図 3-2.7.2-60 ペレット標準試料で調製可能な元素濃度範囲

(2)-2-2-3-4 直接加熱式熱分解/ICP-MS による定量分析法の検討

光加熱式熱分解/ICP-MS は、原理的に ICP-MS 装置へ導入量の変化および ICP-MS 装置感度の変化が生じ、測定の定量性に影響を与える可能性がある。そこで、これらの変動要因を補正するために、rCF とバインダーであるセルロースの主成分元素である炭素を用いた内部補正法について検討した。内部補正法では、濃度がサンプル間で一定あるいは既知の炭素の信号強度を用いて、目的元素の信号強度との比を計測することによって、導入量変動や装置感度の変化を補正する。この炭素の補正法の有効性を明らかにするため、炭素含有量が異なる 5 材質の認証標準物質（ポリエステル:PES、ポリエチレン:PE、ABS 樹脂:ABS、ポリ塩化ビニル:PVC、ポリプロピレン:PP）を用いて、補正方法の評価を行った。図 3-2.7.2-61 に炭素含有量が 45.62～84.812% の範囲の材質の異なる 5 種類の炭素材料標準物質から得られた鉛分析の検量線を示す。炭素による内部補正をしない場合は材質毎の感度差が見られ、鉛の検量線の直線性が低く定量分析が困難となるのに対し、内部補正を行うことで材質の違いに起因する感度差を低減し、検量線の直線性が高く定量分析が可能であることを示している。以上の結果から、炭素を用いた内部補正法が光加熱式熱分解法/ICP-MS における定量方法として有効であることがわかった。

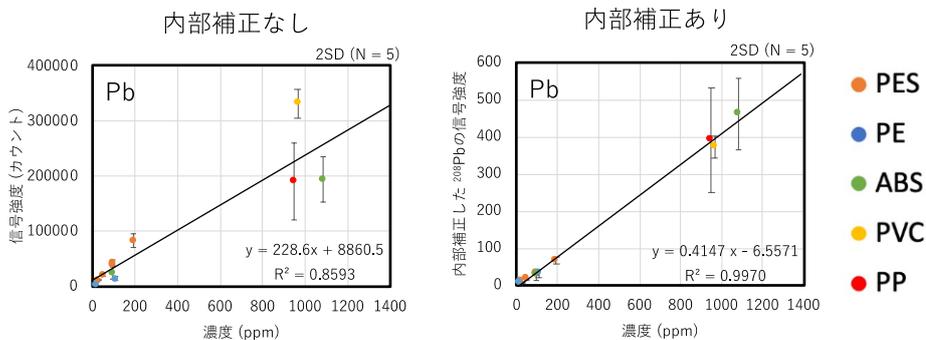


図 3-2.7.2-61 炭素素材中鉛分析における炭素を用いた内部補正効果

また、定量性の評価として、rCF に類似の物質として石炭の認証標準物質（NIST SRM 1632d）の測定を行った結果を図 3-2.7.2-62 に示す。測定した 19 元素に対して概ね認証値と近い値が得られた。また、測定値と認証値の偏差を図 3-2.7.2-63 に示す。

Ca, Mn, Fe, Cd, Hg などの均一性が高い元素に関しては認証値に近い値が得られているが、他の元素に関しては試料内部の不均一性の影響のため、認証値から最大 600% 程度高い値が得られた。したがって、定量分析のためには、より試料の均一化が必要であることがわかった。

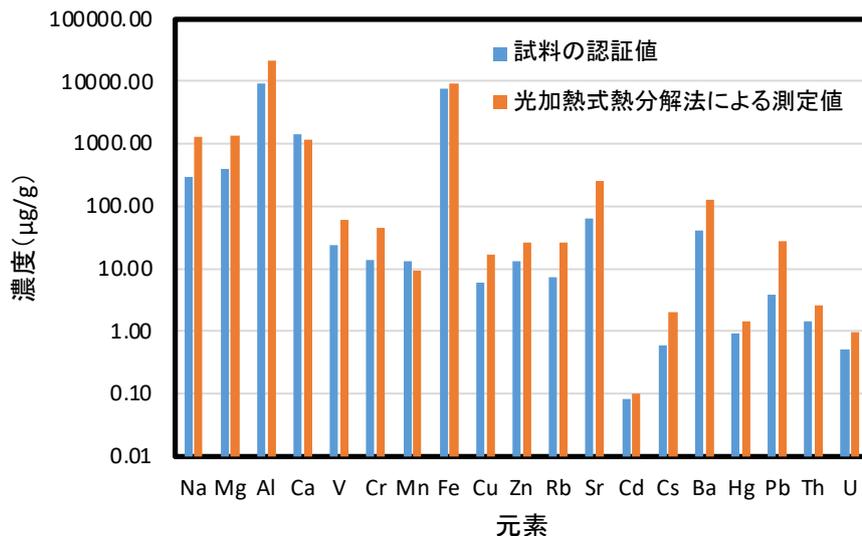


図 3-2.7.2-62 直接加熱式熱分解/ICP-MS による石炭標準物質分析

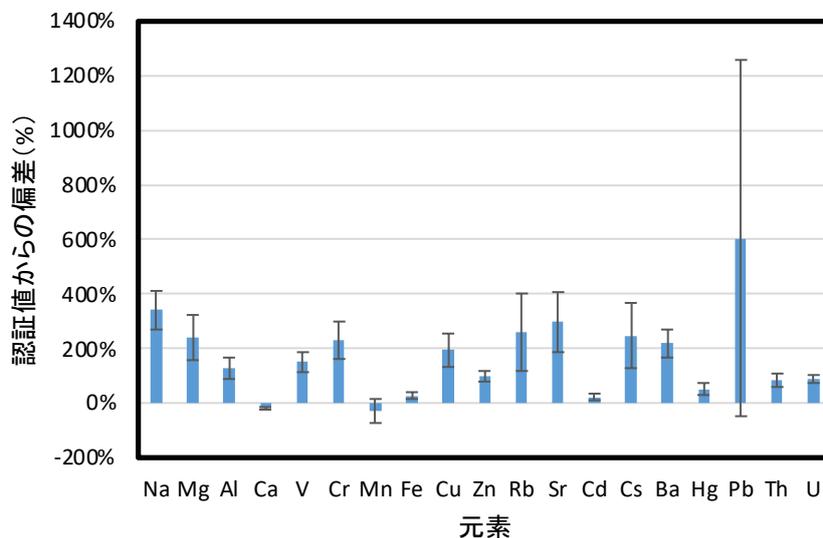


図 3-2.7.2-63 直接加熱式熱分解/ICP-MS による分析値と認証値との比較 (石炭標準物質)

(2)-2-2-3-5 外部加熱式熱分解/ICP-MS による揮発性元素分析法の原理の検討

外部加熱式熱分解法は、誘導加熱式および抵抗加熱式による加熱方法の2方式について検討を行った。

誘導加熱式熱分解法では、誘導コイルにより rCF 試料を加熱し、試料から気化した元素をオンラインで ICP-MS へ導入して分析する (図 3-2.7.2-64)。

誘導加熱により 5 分で室温から 1200°C 以上に昇温させることに成功した。黒鉛製の試料ボートに綿状のリサイクル炭素繊維試料を入れ、Ar 雰囲気下で rCF 試料を測定した検出信号の例を図 3-2.7.2-65 に示す。熱分解温度は室温から 5 分で 1200 度まで昇温した。臭素や水銀は加熱直後の 200°C 程度から検出信号が観測され始め、カドミウムや鉛は 600°C 付近から信号が検出された。鉛を除いた 3 元素は、単体の沸点が今回の熱分解温度以下であるため気化して十分検出できると考えられる。一方、鉛単体の沸点は 1749 度であり今回の熱分解条件では蒸発しないため、鉛は低沸点化合物が気化して検出されたと考えられる。また、臭素は 2 つのピークが生じていることから少なくとも 2 種類の化学形態の臭素化合物が含まれていることが示唆された。

図 3-2.7.2-66 には 3 回の繰り返し測定における検出信号強度の相対標準偏差 (RSD) を示す。各元素分析の RSD 値は 4%~136% と広範囲であり、かつ臭素、カドミウム、鉛は試料毎に大きく異なった。例えば、カドミウムについては、試料 B は 100% を超える大きな RSD 値を示す一方で、試料 C は 10% 未満となった。

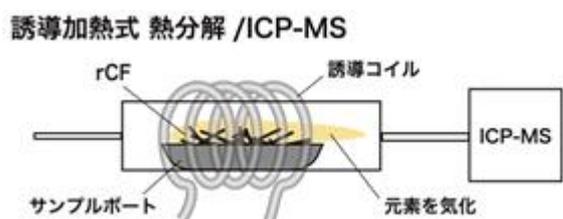


図 3-2.7.2-64 誘導加熱式熱分解/ICP-MS 装置

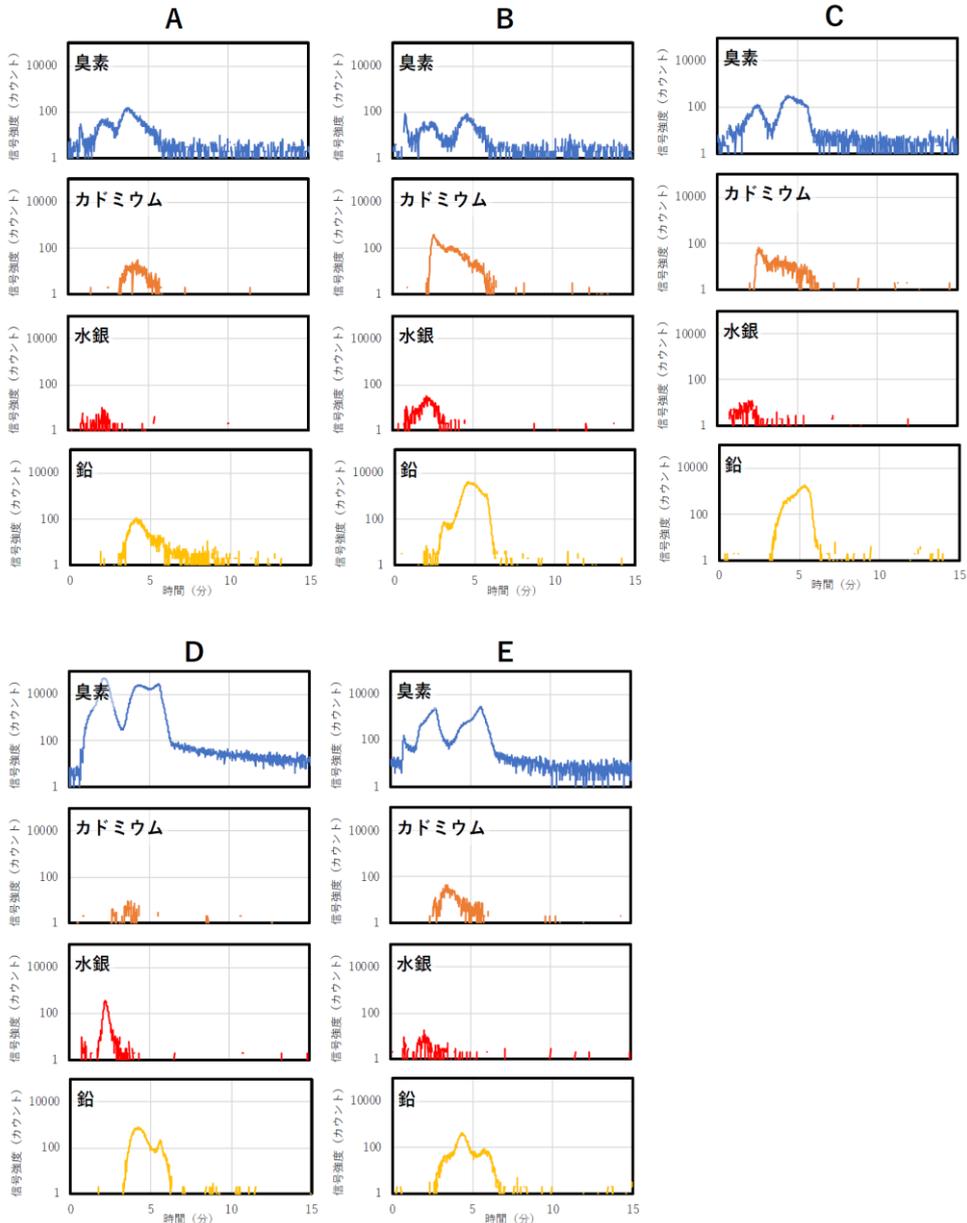


図 3-2.7.2-65 誘導加熱式熱分解/ICP-MS による rCF 中の不純物元素の検出例

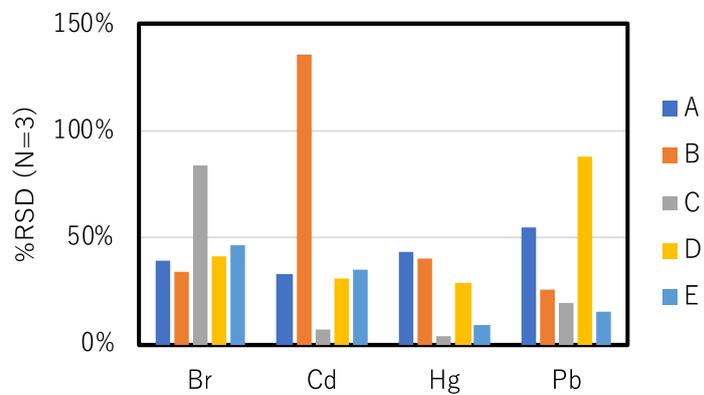


図 3-2.7.2-66 誘導加熱式熱分解/ICP-MS による不純物元素分析の相対標準偏差(分析回数 3 回)

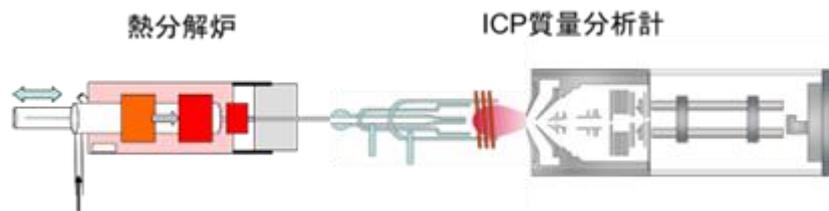


図 3-2.7.2-67 抵抗加熱式熱分解/ICP-MS 装置

誘導加熱分解法に加えて、より安価な装置構成が可能な抵抗加熱式熱分解法として検討した。本分析法は外部加熱型熱分解炉によって試料中の元素を加熱気化し、ICP質量分析装置に直接導入し揮発性元素を検出する。装置図を図 3-2.7.2-67 に示す。

次に、熱分解法によるリサイクル炭素繊維からの揮発性元素の気化法について、開発した熱分解/ICP-MS 装置を用い、Ar 雰囲気下で気化条件を検討した。その結果、ボールミルで粉砕した試料を 700°C まで約 20 分間で昇温させると、臭素、水銀、炭素が気化し、ICP-MS により検出可能となった。今回、試験に供されたリサイクル炭素繊維試料の一次処理および二次処理した試料の 7 種類、および新品の炭素繊維 1 種類、計 8 種類の試料で分析したところ、全ての試料でこれらの元素は検出した。図 3-2.7.2-68 にリサイクル炭素繊維の分析例を示す。ICP-MS 検出データから、これらのリサイクル炭素繊維試料には、上記の 3 元素の含有量に差があり、また、臭素および炭

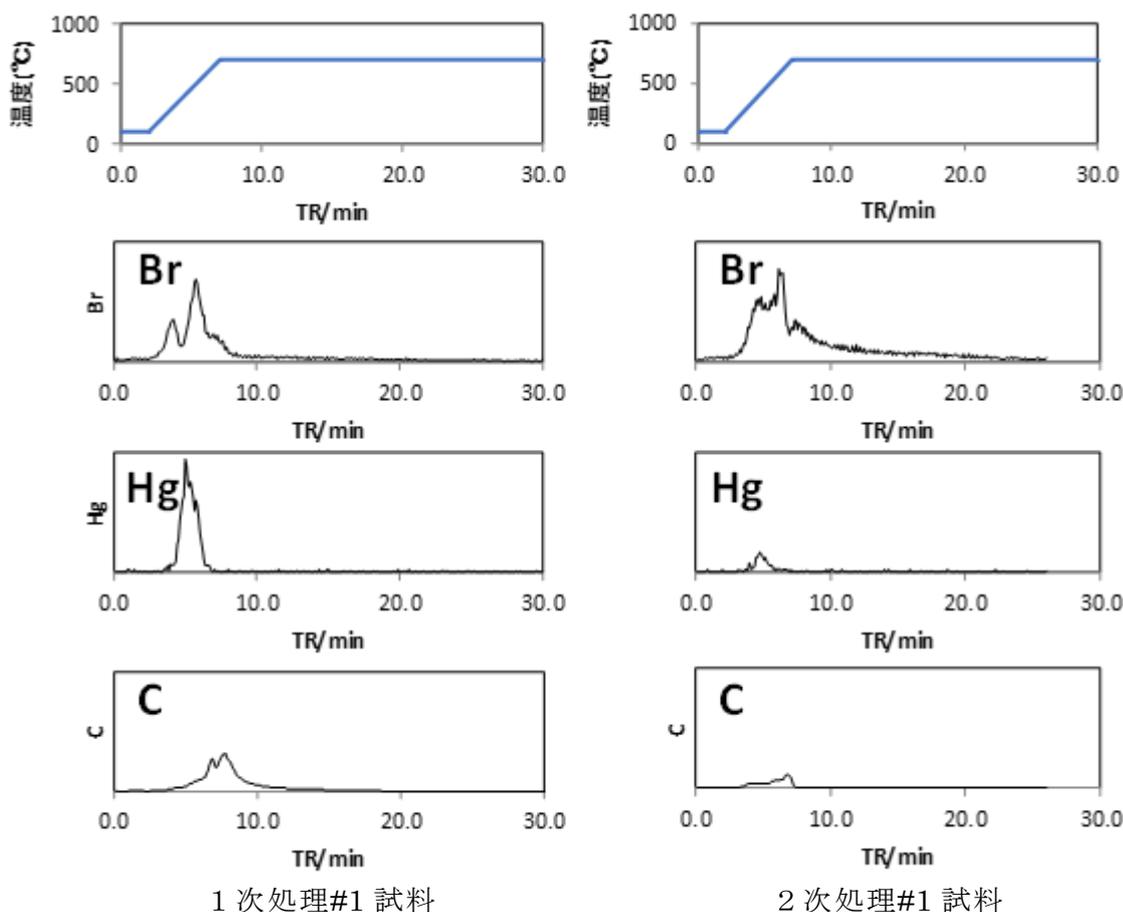


図 3-2.7.2-68 抵抗加熱式熱分解/ICP-MS による rCF 中の不純物元素の検出例

素の検出の温度依存性が異なることから、各元素の含有化合物の種類は試料間で異なる可能性があると考えられる。

分析精度等の分析性能を評価するため、rCFと同様な炭素系材料としてプラスチック認証標準物質を用いて臭素の定量法の検討を行った。臭素の濃度値が保証されているポリスチレンおよびポリエステルの2種類の臭素系難燃剤含有プラスチック認証標準物質を用いて、熱分解炉の温度条件を90℃から800℃まで60℃/minで昇温することで、500℃～600℃の温度域で臭素を検出した。この温度条件で異なる臭素含有濃度の認証標準物質を用いて検量線を作成したところ、ポリスチレン認証標準物質では、260～815 µg Br/gの範囲で相関係数0.99以上の直線の検量線を得ることができた。結果を図3-2.7.2-69に示す。また、組成が異なるプラスチックとしてポリエステルおよびポリエチレンの認証標準物質を比較したところ、プラスチック分解温度および炭素含有率等の違いにより、熱分解ICP-MSの臭素の検出感度が異なることが分かった。この結果とrCFもプラスチックとは分解温度や炭素含有率が異なることから、プラスチック標準認証物質を用いたrCFの定量においては臭素の感度補正法を検討する必要があることを明らかにした。

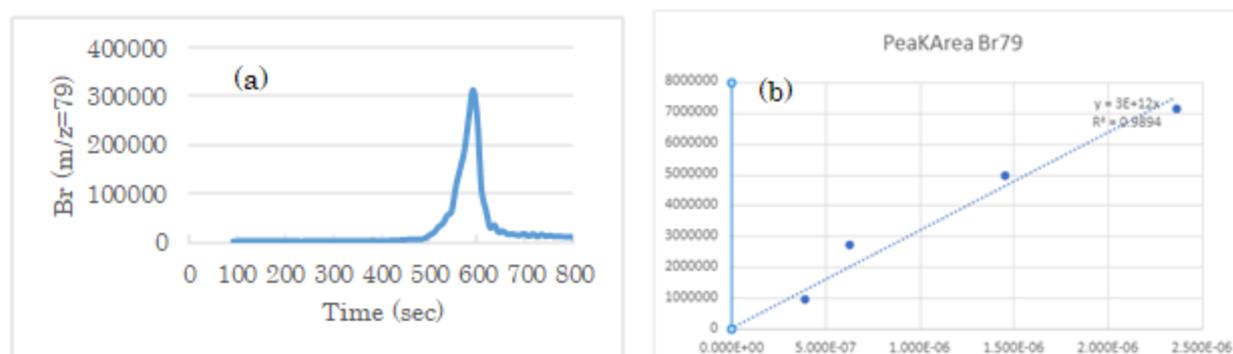


図 3-2.7.2-69 抵抗加熱式熱分解/ICP-MS によるポリスチレン標準物質の分析例(a)および臭素の検量線(b)

(2)-2-2-3-5 揮発性元素分析法の rCF 実サンプルへの適用可能性の評価

外部加熱式では臭素および水銀のシグナルは化学形態別に検出されているものの、分析感度が化学形態等に依存している可能性があり、元素総量の定量分析に課題があることを明らかにした。このため直接加熱式熱分解法のみを評価した。rCFを4試料測定した結果を図3-2.7.2-70に示す。臭素はppmレベル、水銀は試料C以外はppbレベルで検出されており、ppm～ppbレベルの微量な揮発性元素の評価に利用可能であると考えられた。なお、rCFの試料の一部を採取してそのまま分析しているため、今回報告する分析値はあくまで一例であり、各rCFの代表値としては保証されない。

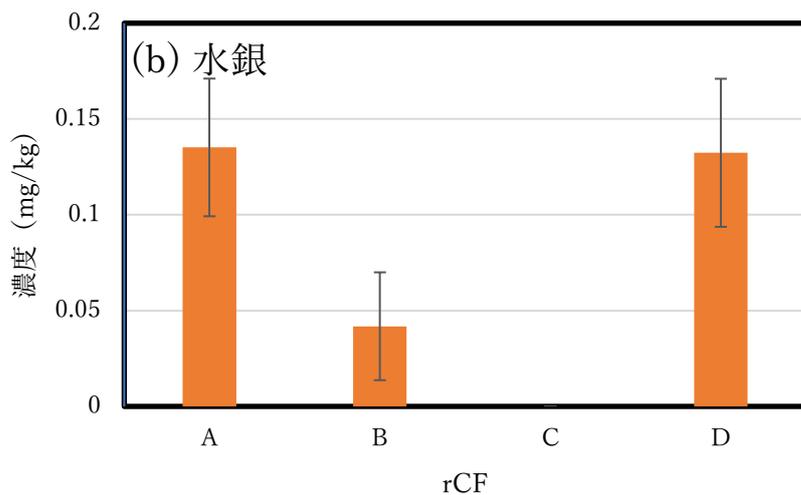
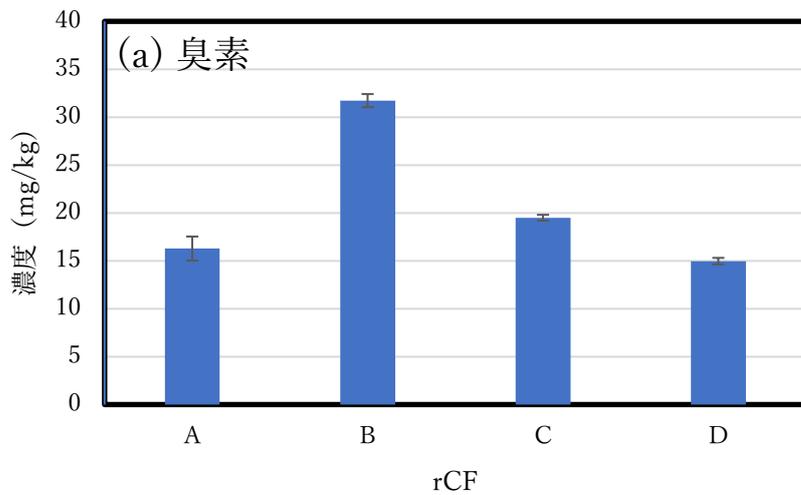


図 3-2.7.2-70 直接加熱分解/ICP-MS による rCF の分析例 (a)臭素 (b)水銀

(2)-2-2-4 不純物元素分析法開発のまとめ

以上、不純物元素の揮発性に応じた分析前処理法と誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS) を組み合わせた手法により、リサイクル炭素繊維中の不純物元素分析法を確立した。

不揮発性元素分析については、マイクロ波分解/ICP-MS による分析法を開発した。マイクロ波分解法によるリサイクル炭素繊維の分解条件については、ICP-MS 測定の妨害となり、また、分析操作面でも危険性が高いフッ酸を使用せずに、マイクロ波分解反応を高温化することで CF 分解率・不純物元素の溶解率を向上を高め、結果、難分解性の CF が 1.5 時間で可溶化できるフッ酸フリーマイクロ波分解条件を見出し

た。また、分析時の汚染原因となる可能性がある分析試料の調製方法については、低汚染・簡便・安価なハサミ切断法を確立した。次に、この開発した分析法の分析正確性について他原理の分析法と比較検証を行った。分析前処理後の不純物元素の ICP-MS による定量分析について検証したところ、9 種類の元素で ICP 発光分析法とほぼ良い一致し、本研究法は分解ができれば正確に元素を定量できることが示唆された。また、分析前処理法についても、本研究のフッ酸フリー法と他原理の分解法であるフッ酸使用マイクロ波分解法と比較したところ、CF 試料では比較的高濃度のアルカリ金属やアルカリ土類金属の 6 元素でほぼ良い一致を示し、アルミニウムや低濃度の重金属類 7 元素は本研究法のみが汚染の影響が少なく分析可能であった。また、添加回収試験結果から、定量値に影響を与える分析操作時の元素の損失も軽元素から重金属までの 16 元素ではほとんどなく良好であった。また、この試料調製法とマイクロ波分解/ICP-MS を組み合わせた方法は、試験で入手した 5 種類の実サンプルを分解可能で、ICP-MS による定量が可能であった。また、実サンプルの 16 元素の濃度範囲が広く(総濃度は数十倍異なる)、また、サンプル内の元素のばらつきも観測可能となり、ばらつきが試料の種類や元素種に依存することが評価できた。また、試料中の元素の不均一性に対応し分析精度の確保するため、分析試料量の増大や、多数試料の分析ができるように分析の効率化についても検討した。結果、加圧型マイクロ波分解法を用いて条件最適化により分解処理量を 5 倍増大し可能にした。一方で、CF の局所加熱のため分解時の安全性の確保が必要であることも明らかにした。

揮発性元素分析法については、試料を熱分解して ICP-MS 装置へ導入して分析する手法を検討し、レーザーを用いた直接加熱式熱分解/ICP-MS と、誘導加熱や抵抗加熱を用いた外部加熱式熱分解/ICP-MS を開発した。直接加熱式熱分解/ICP-MS については、レーザー照射による元素の気化および ICP-MS による検出の原理を構築し、2 分以内で揮発性元素の検出を可能にした。次に、様々な形状の rCF 試料分析に対応し、元素定量に必要な濃度校正用標準物質の調製も可能となる粉碎処理・ペレット化・元素添加法を確立した。条件を最適化することで、水銀や鉛などの揮発性元素について汚染が少なく、かつ濃度校正用標準物質の調製時に添加した元素をほとんど損失せず濃度を維持できる調製条件を見出した。次に、元素定量に影響を与えるレーザー照射による ICP-MS 装置へ試料導入量の試料依存性を低減するため、CF やペレット剤の主成分元素である炭素を用いた内部補正法を確立し、組成が異なる炭素材料間で鉛などの定量性を向上させた。実サンプルへの適用性についても検証を行い、CF に類似で炭素含有量が高く元素濃度認証値がある標準石炭試料を分析した結果、19 元素で濃度オーダーレベルで一致し、また、実際の rCF 試料の測定結果から ppm～ppb レベルの微量の臭素および水銀を評価できることを示した。また、外部加熱式熱分解/ICP-MS については、誘導加熱またはより安価な装置構成である抵抗加熱により元素を数分で気化し ICP-MS によって検出する原理を構築し、臭素、カドミウム、水銀、鉛など揮発性元素を検出可能にした。また、臭素については複数の検出ピークが得られており、複数の化学形態の存在を推定できる手法に展開できる可能性が示唆された。一方、分析感度が化学形態等に依存する可能性があり、元素総量の定量分析に課題があることを明らかにした。

今後、確立したリサイクル不純物元素分析法を基に、標準化に向けて、汎用性を高め、試料適用性を評価し、標準試料調製法を開発し、ラウンドロビンテストを通じて標準分析法として展開していきたい。

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.7.2-5 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2019FY	0	0	0	0	0	0	1	0	1
2020FY	2	1	3	2	0	0	0	0	1
2021FY	2	0	6	0	0	0	0	0	1
2022FY	1	0	1	0	0	0	2	0	2
合計	5	1	10	2	0	0	3	0	5

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.7.2-6 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2019FY	0	0	0
2020FY	0	0	0
2021FY	0	0	0
2022FY	0	0	0
合計	0	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.7.2.3 参考文献

1. Oliveux G, Dandy LO, Leeke GA. Current status of recycling of fibre reinforced polymers: Review of technologies, reuse and resulting properties. Prog Mater Sci 2015;72:61–99.
2. Yang J, Liu J, Liu W, Wang J, Tang T. Recycling of carbon fibre reinforced epoxy resin composites under various oxygen concentrations in nitrogen-oxygen atmosphere. J Anal Appl Pyrolysis 2015;112:253–61.
3. Meyer LO, Schulte K, Grove-Nielsen E. CFRP-recycling following a pyrolysis route: Process optimization and potentials. J Compos Mater 2009;43:1121–32.

4. Mustata F, Tudorachi N, Bicu I. The kinetic study and thermal characterization of epoxy resins crosslinked with amino carboxylic acids. *J Anal Appl Pyrolysis* 2015;112:180–91.
5. Mustata F, Tudorachi N. Curing kinetics and thermal characterization of epoxy resin cured with amidodicarboxylic acids. *Appl Therm Eng* 2017;125:285–96.
6. Yao Z, Xiong J, Yu S, Su W, Wu W, Tang J, et al. Kinetic study on the slow pyrolysis of nonmetal fraction of waste printed circuit boards (NMF-WPCBs). *Waste Manag Res* 2020;38:903–10.
7. Régnier N, Fontaine S. Determination of the thermal degradation kinetic parameters of carbon fibre reinforced epoxy using TG. *J Therm Anal Calorim* 2001;64:789–99.
8. Tranchard P, Duquesne S, Samyn F, Estèbe B, Bourbigot S. Kinetic analysis of the thermal decomposition of a carbon fibre-reinforced epoxy resin laminate. *J Anal Appl Pyroly* 2017;126:14–21.
9. Zhang Z, Wang C, Huang G, Liu H, Yang S, Zhang A. Thermal degradation behaviors and reaction mechanism of carbon fibre-epoxy composite from hydrogen tank by TG-FTIR. *J Hazard Mater* 2018;357:73–80.

2.7.3 [テーマ番号 5 4] 低圧・超高速 CFRP 成形技術の開発 (FS 研究)

(2018 年度～2019 年度)

[テーマ番号 2 7 C] 超軽量 CFRTP/CFRP ハイブリッド部材の開発

(2020 年度～2022 年度)

2.7.3.1 テーマの概要

(1) 背景と目的

温室効果ガス排出削減に向けた自動車軽量化の流れを受け、材料を適材適所に配置し、無駄を省いて軽量化するマルチマテリアル化技術が、環境規制の厳しい欧州を軸に進んでいる。中でも炭素繊維材料は、軽量性に特に優れることから BMW や Audi などのマルチマテリアル車体に適用されているが、熱硬化性 CFRP (CFRP) が主流である。その CFRP の車体適用のポイントは、材料技術ではなく HP-RTM などの成形技術の進歩による生産性の向上にあった。そのため、本事業では低圧・超高速成形プレス成形技術の構築を通し、高度省エネルギー社会実現への貢献と、CFRP 加工技術の国際競争力強化をテーマ 5 4 の目的とする。一方、熱可塑性 CFRP (CFRTP) と CFRP では特徴が異なり、現状の車体設計では CFRTP を使い熟しているとはいえない。そこで、テーマ 2 7 C では、これまで開発してきた CFRTP の材料および成形技術を元に、必要箇所に必要な形で CFRP を組み合わせた超軽量の CFRTP/CFRP ハイブリッド部材の開発を通し、自動車構造体における CFRTP/CFRP ハイブリッド部材の軽量化効果を実証することを目的とする。

(2) 目標値

表 3-2.7.3-1 研究開発目標 (テーマ番号 5 4)

研究開発項目 (実施年度)	最終目標 (2019 年度末)
①樹脂供給体の開発 (2018～2019 年度)	成形圧力 1MPa 以下、プレス型締め 3 分で平板成形品を与える、樹脂供給体の標準仕様の決定。
②低圧・高速成形プロセスの開発 (2018～2019 年度)	「樹脂供給体の開発」で開発した樹脂供給体を用いた、CFRP 平板 (30cm 角、面圧 1MPa 以下、型締め時間 3 分以内) の成形プロセスの構築。マルチマテリアル化に向けたプロセス課題の抽出。
③含浸シミュレーション技術の開発 (2018～2019 年度)	本プロセスでの樹脂含浸挙動を表現するシミュレーションのアプローチ手法の決定。樹脂含浸挙動の傾向の定性的な一致。

表 3-2.7.3-2 研究開発目標（テーマ番号 27C）

研究開発項目 (実施年度)	第3中間目標 (2020年度末)	最終目標 (2022年度末)
①CFRTP/CFRP 複合パネルの開発 (2020～2022年度)	複合パネルの曲げ剛性で、スチール比 50%軽量化の実現	複合パネルの実用化に向けた特性（耐環境特性、NVH 関連）を評価し、自動車部材への適合性を明確にする。
②CFRTP/CFRP 複合パネルの形状賦形 (2020～2022年度)	CFRTP フォーム材の形状賦形限界の見極めと複合パネルの技術課題抽出	形状を持った複合パネルについて、部材の性能評価結果との理論づけを行う。
③CFRTP/CFRP ハイブリッド部材の形状設計 (2020～2021年度)	50%軽量化を実現できる部材の見極め	成形技術や材料特性の最適化と連動させ、構造を修正して更なる軽量化を図り、設計上で部材形状としての 50%軽量化を実現する。
④CFRTP/CFRP ハイブリッド部材の成形 (2021～2022年度)	なし (2021年度開始)	CFRTP/CFRP ハイブリッド部材の性能評価を行い、「CFRTP/CFRP 複合パネルの開発および形状賦形」で得られている材料および要素形状での性能と比較し、軽量化効果を実測および理論で実証する。また、実用化に向けた塗装性について検討する。

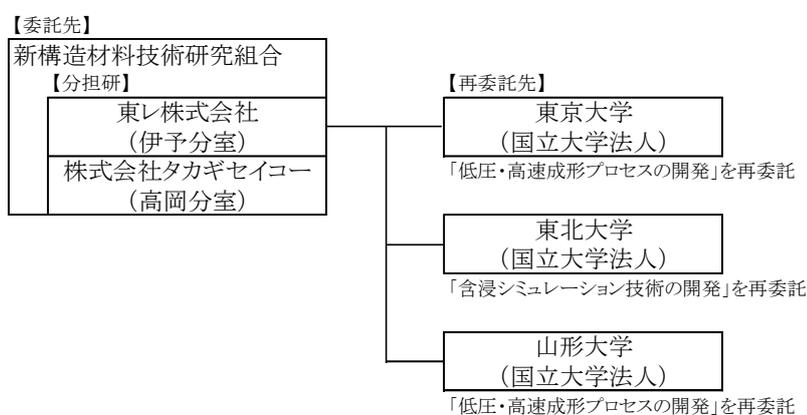
(3)全体計画

過去の研究開発テーマ（[テーマ番号 28] 熱可塑性 CFRP の開発及び構造設計・加工基盤技術の開発）で、炭素繊維を均質に分散・配置させた低比重・高剛性の CFRTP フォーム材が、プレス成形により形状賦形できることを示した。このフォーム材は、構造が炭素繊維で保持されている多孔質体であり、低比重・高弾性の性質を示し、強いスプリングバック性能から、プレスによる形状賦形も可能である。一方で、一般に CFRP は静的機械特性で CFRTP より優れており、これらの適切な組み合わせは、単独の材料よりも優れた軽量性を確保できる。2018～2019年度に実施した「[テーマ番号 54] 低圧・超高速 CFRP 成形技術の開発（FS 研究）」では、熱可塑のサイ

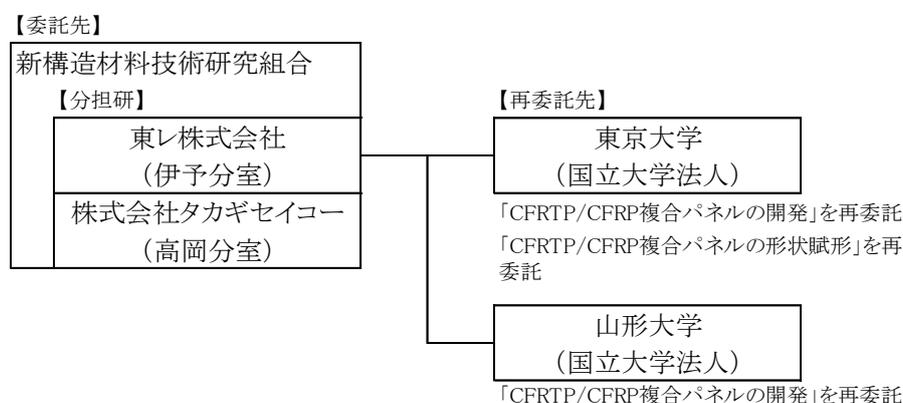
クルタイムに同期できる CFRP の材料ならびに低圧・高速成形技術を構築している。
[テーマ番号 27C] では、これらの技術を適切に組み込んだ、超軽量の CFRTP/CFRP
ハイブリッド部材の研究開発を行う。

(4) 実施体制

図 3-2.7.3-1 に示す体制で推進する。テーマ番号 54 については、材料成形の基盤技術は分室で構築し、高度な専門性を要する研究は、大学（東京大学、東北大学、山形大学）に再委託する。また、テーマ番号 27C については、材料技術は東レが、成形技術はタカギセイコーが、それぞれの専門性を活かして構築する。特殊な装置を要する評価技術や高い専門性を要する研究は、大学（東京大学、山形大学）に再委託する。



(a) テーマ番号 54



(b) テーマ番号 27C

図 3-2.7.3-1 実施体制

(5) 運営管理

主に材料開発を担当する東レ（伊予分室）と、成形技術開発を担当するタカギセイコー（高岡分室）は、1 回／月の頻度で共同試作・開発を行い、技術開発を共有する。再委託先とは、定期的な連絡・情報共有と半期ごとの直接面談で、成果と課題を共有する。

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

本プロジェクトは、車体の大幅軽量化に向け、複数のテーマが個別技術を開発する構造を取る。従い実施効果は個別テーマ単独に帰属できないが、プロジェクトが目指す自動車軽量化による社会的、経済的影響は大きい。自動車向け CFRP の市場規模は 1,000 億円規模で推移しており、FCV などの環境対応車の普及期待を含めて拡大が見込まれている。

自動車への CFRP 適用による CO₂ の削減効果は、炭素繊維協会モデルでは炭素繊維 1t あたり 50t とされる。自動車 1 台あたりに使用される炭素繊維を 100kg とすると、ライフサイクル（10 年）で 5t/台の CO₂ が削減される。CASE の拡大や環境対応車の普及、安全基準の厳格化から車体重量増は不可避であり、今後も量産と親和性のある軽量化技術は流行と関わりなく需要が続く。四輪の世界生産台数は 9,571 万台（2018 年）であり、このうち上位 10% に適用された場合でも、ライフサイクルで 48 百万 t の、年間で 4.8 百万 t の CO₂ が削減される。

2.7.3.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.7.3.2-1 最終目標と達成度（テーマ番号 5 4）

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
①樹脂供給体の開発 (2018～2019年度)	成形圧力 1MPa 以下、プレス型締め 3 分で平板成形品を与える、樹脂供給体の標準仕様の決定 (2019 年度)	低圧・高速成形に適用する樹脂供給体に関する基材およびマトリックス樹脂の設計を完了した。	○	
②低圧・高速成形プロセスの開発 (2018～2019年度)	「樹脂供給体の開発」で開発した樹脂供給体を用いた、CFRP 平板 (30cm 角、面圧 1MPa 以下、型締め時間 3 分以内) の成形プロセスの構築 マルチマテリアル化に向けたプロセス課題の抽	30cm 角の CFRP 平板を、成形圧力 0.6MPa、型締め 3 分で成形するプロセスを構築した。 アルミ平板との一体成形では、技術の成り立性は示されたが、部材形状、生産設備・条件の各論となった。	○	

	出 (2019 年度)			
③含浸シミュレーション技術の開発 (2018～2019 年度)	本プロセスでの樹脂含浸挙動を表現するシミュレーションの、アプローチ手法の決定。樹脂含浸挙動の傾向の定性的な一致 (2019 年度)	樹脂供給体からの面内および面外の含浸挙動を解析し、実際のプレス成形品でも同様の挙動が見られることを確認した。	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

表 3-2.7.3.2-2 最終目標と達成度 (テーマ番号 27C)

研究開発項目	最終目標 (最終年度)	研究開発成果	達成度※	未達の場合 原因と解決方針
①CFRTP/CFRP 複合パネルの開発 (2020 年度～2022 年度)	複合パネルの実用化に向けた特性 (耐環境特性、NVH 関連) を評価し、自動車部材への適合性を明確にする。	実用特性として衝撃特性を評価し、環境温度による特性変化が少ない事を確認した。遮音特性を評価し、既存スチールパネル対比、透過損失が高いことを確認した。	○	
②CFRTP/CFRP 複合パネルの形状賦形 (2020 年度～2022 年度)	形状を持った複合パネルについて、部材の性能評価結果との理論づけを行う。	サーモビューアでの 3 点曲げの破壊起点の可視化によるスキン/コアの接合の健全性を評価・観察する手法を確立した。確立した手法を用いて、複合パネルの 3 点曲げ衝撃試験をおこない、延性的な破壊挙動を確認し、スキン/コアの健全性の効果を示した。	○	
③CFRTP/CFRP ハイブリット	成形技術や材料特性の最適化と	全体板厚 1.9mm にて等価剛性を実現で	◎	

部材の形状設計 (2020年度～2021年度)	連動させ、構造を修正して更なる軽量化を図り、設計上で部材形状としての50%軽量化を実現する。 (2021年度末)	き、74%の軽量化を得られる結果を得た。		
④CFRTP/CFRPハイブリッド部材の成形 (2021年度～2022年度)	CFRTP/CFRPハイブリッド部材の性能評価を行い、「CFRTP/CFRP複合パネルの開発および形状賦形」で得られている材料および要素形状での性能と比較し、軽量化効果を実測および理論で実証する。また、実用化に向けた塗装性について検討する。	50%軽量化したルーフの成形を実証した。ルーフ中心部の基材分割線を最小限に抑え、塗装により隠蔽可能であることを確認した。 -40～80℃までの温度環境下の剛性試験において、いずれの温度条件に既存スチール品対比、高剛性であることを示した。	○	

(2)研究開発の成果と意義

以下、テーマ番号54について説明する。

①樹脂供給体の開発

樹脂供給体は、担持基材およびマトリックス樹脂から構成される。担持基材は短繊維からなる均質な多孔質体で、優れた樹脂担持能力を持つ。これに担持させるマトリックス樹脂は、ハイサイクルに適合する高速硬化性と、保管・プロセス中で変質しない安定性を両立させる設計としている。

樹脂供給体は自重の20倍以上のマトリックス樹脂を担持でき、かつ図3-2.7.3.2-1に示すように、持ち運んでも樹脂が垂れ落ちることがない。硬さは担持基材設計の結束力などで調節でき、複雑形状にも追随させることができる。

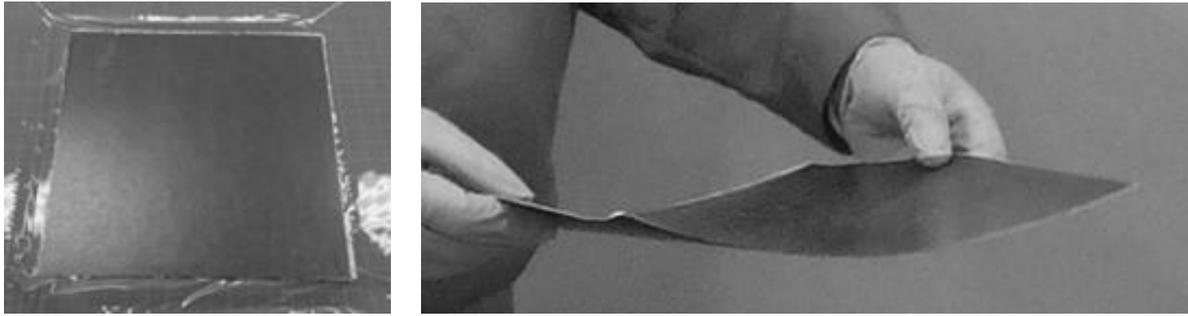


図 3-2.7.3.2-1 樹脂供給体の外観

樹脂供給体は、樹脂を型内で供給する点に特徴がある。外部から樹脂を供給する RTM では、成形設備や金型に樹脂の注入機構が必要となる。特に高速成形を指向する場合、含浸に高圧を要するため設備投資が大型化する。樹脂供給体は、基材の間に挟んでプレス機に置くだけでよく、専用設備を必要としない。かつ含浸は基材内部から厚さ方向に進むため、低圧で素早く進む。これら型内供給・面含浸の特徴は、小規模の試作から量産まで、幅広いプロセスに親和性が高い。

樹脂供給体の製造には、均質な担持基材の設計・製造技術と、本目的に特化したマトリックス樹脂の設計技術を要する。これらの技術は製品や製造設備から追跡することはできず、他国の企業の模倣が難しい。

②低圧・高速成形プロセスの開発

「樹脂供給体の開発」で開発した樹脂供給体を用い、CFRP 平板を低圧、高速で成形するプロセスを構築した。基本プロセスは、図 3-2.7.3.2-2 に示すシンプルなものである。ドライの CF クロスと樹脂供給体を積層して加熱されたプレス型内に配置して加圧すると、樹脂が樹脂供給体から染み出し、CF クロスに含浸の後硬化して、CFRP 平板を与える。

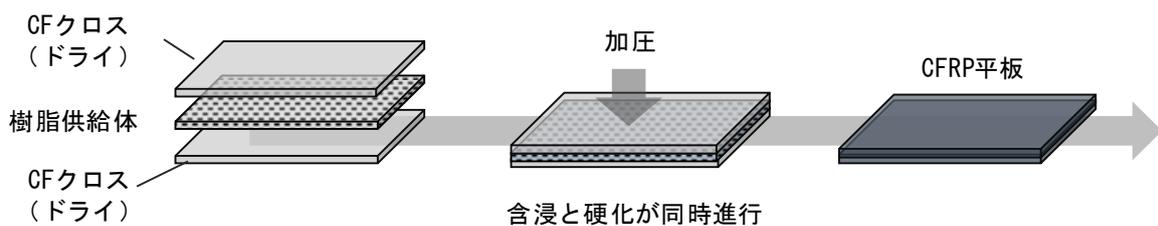


図 3-2.7.3.2-2 樹脂供給体を用いた低圧・高速プレス成形の基本プロセス

CF クロス (T300-3K クロス) を用い、プレス圧力 0.6MPa、型温 150°C、型締め 3 分で成形した CFRP 平板の外観と断面の顕微鏡写真を図 3-2.7.3.2-3 に示す。均一に樹脂が含浸し、成形品中にボイド、欠陥は見られていない。この結果は、本 FS 研究の狙いである樹脂供給体による高速面含浸のコンセプトが、有効に機能したことを示している。

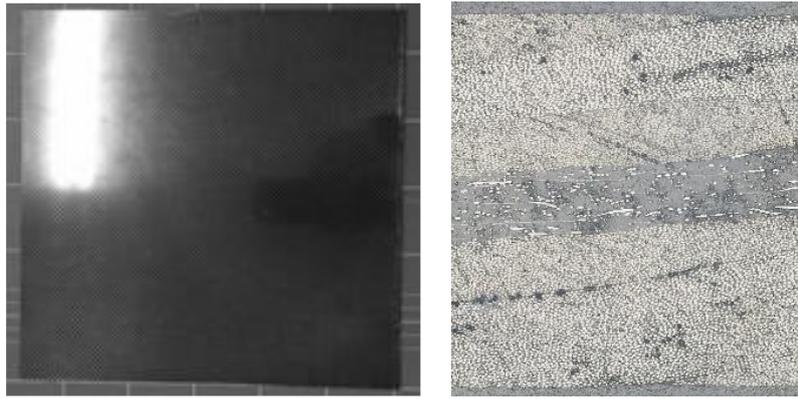


図 3-2.7.3.2-3 CFRP 平板の外観と厚さ方向断面の顕微鏡写真

得られた平板の力学特性は、図 3-2.7.3.2-4 に示す通り、従来成形法（RFI）と同等であった。なお、樹脂供給体向けに設計した樹脂は RTM 向けと比べて粘度が高いため、比較対象の平板は、同等以上の品位が得られる RFI（Resin Film Infusion）法で作製している。

この結果から、本 FS 研究で構築した低圧・高速成形プロセスは、従来プロセスよりも簡便な設備を使用しつつ、高速で品位に優れる CFRP 成形品を得られることが示された。

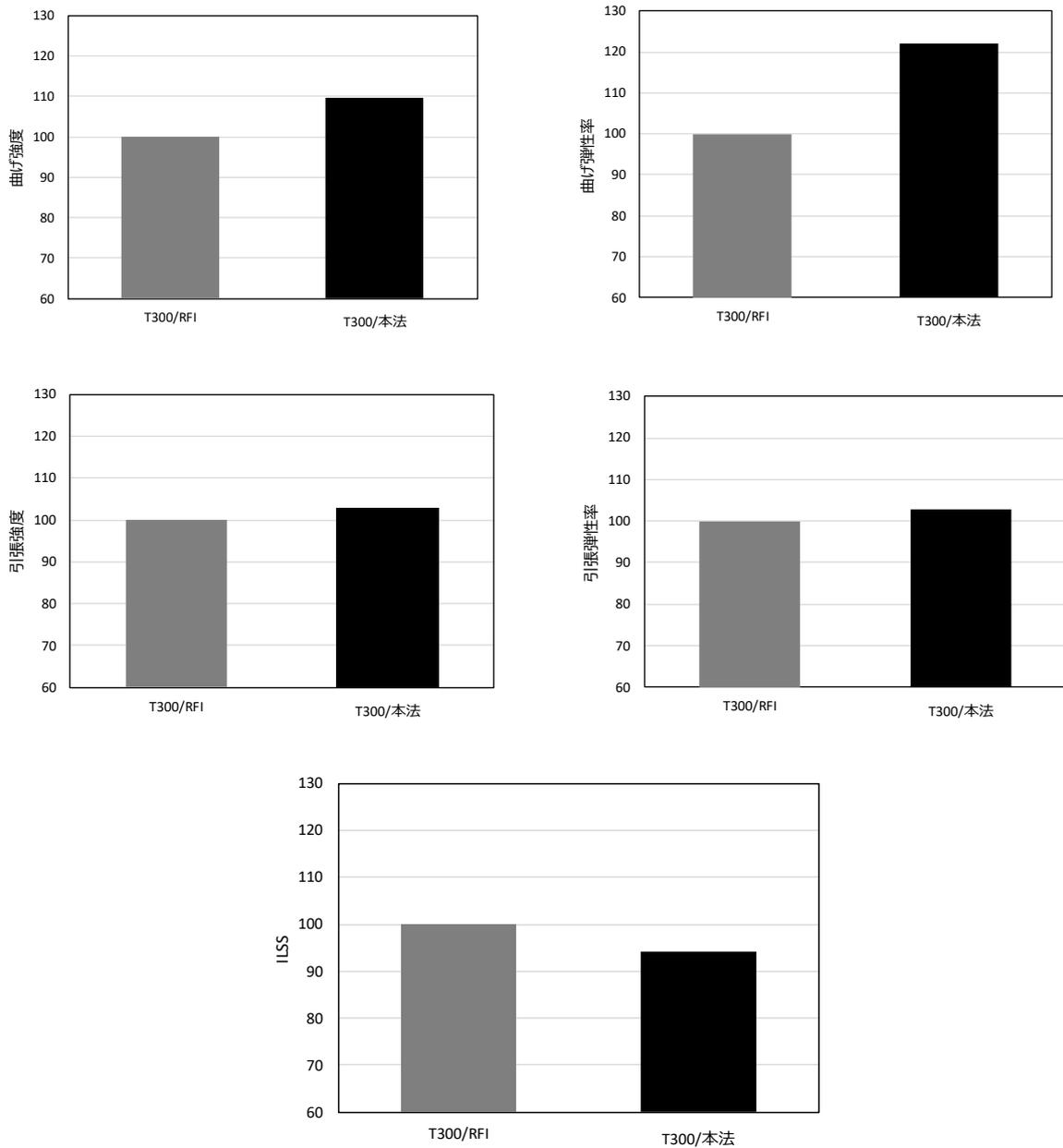


図 3-2.7.3.2-4 CFRP 平板の力学特性（上段：曲げ 中段：引張 下段：ILSS）
（比較対象を 100 とした場合の相対値）

CFRP 平板内部の均質性は、C-scan の活用が有効であった。樹脂供給体は平板内部に残存するが、広視野 X 線 CT での検出は、難度が高いうえ検査に時間がかかった。これに対し C-scan では、図 3-2.7.3.2-5 に示す通り、樹脂供給体の健全性を簡便に追跡できた。プレス圧力 2.4MPa まで高めて意図的に内部を破損させた平板では、粗密差が明確に可視化された。

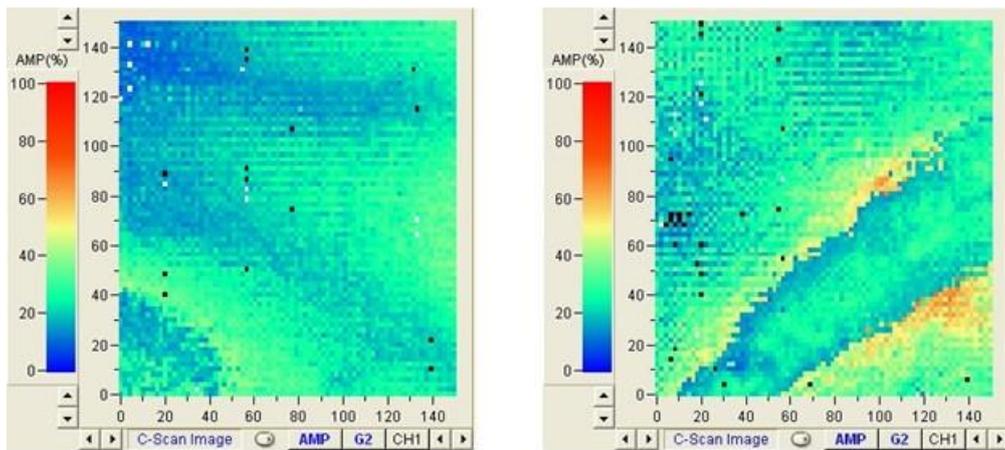


図 3-2.7.3.2-5 C-scan による CFRP のスライス画像
(左 : プレス圧 0.5MPa 右 : プレス圧 2.4MPa)

今後の部材成形を視野に、曲面、凹凸形状を持つ成形品を本プロセスで試作した結果を、図 3-2.7.3.2-6 に示す。予算計画の変更を受け、要素型は作製せず、保有していた不連続 FRP 向けのクラッシュカン形状の金型を用いた。流動成形を前提とする形状のため成形難度は高く、表面ピットや樹脂だまりが散見されたものの、立壁、曲面形状部分でも含浸良好な成形品を得ることができた。

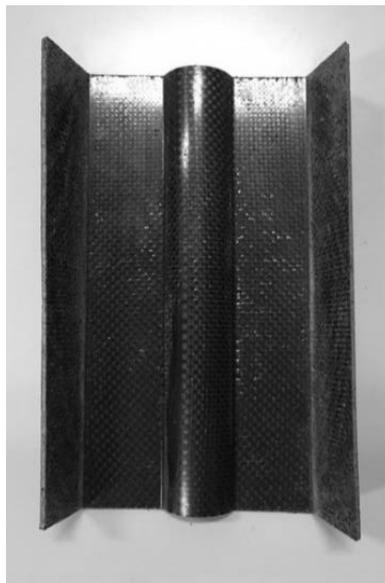


図 3-2.7.3.2-6 CFRP 平板の力学特性

また、マルチマテリアル一体成形の布石として、アルミとの一体成形を試み、課題を抽出した。これは、樹脂が内部から外側に向けて流れることを利用し、最外層にアルミを設置することで、含浸と接着を同時に実現する狙いに基づく。図 3-2.7.3.2-7 に示す構成でプレス成形して得られた平板は、一部にフクレや接着不良が見られた。アルミの表面処理で接着は改善したが、フクレは完全には除けなかった。フクレは基材内部の空気が、脱気パス不足で残存したものである。アルミの表面処理時に脱気パスを作る、GF ヴェール層を挟んで電食防止と脱気パスの機能を持たせるなどの対

策は考えられるが、形状、サイズ、成形条件に応じた各論となる。アルミ一体成形は、形状や製造設備に応じた各論技術となるため、個別成形して接合させるプロセスとの、費用対効果での選択となる。

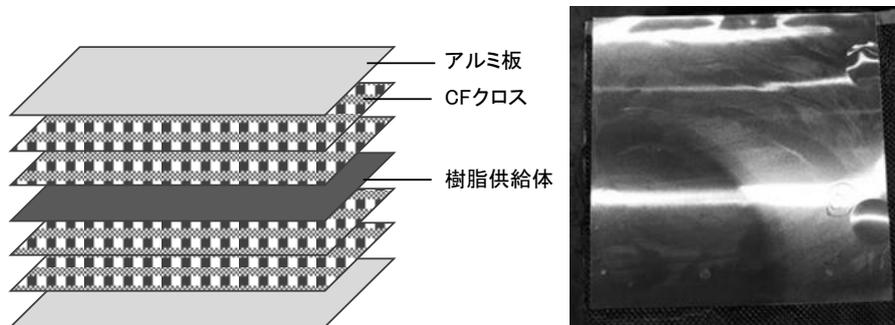


図 3-2.7.3.2-7 アルミ一体成形品の積層構成と外観

③含浸シミュレーション技術の開発

部材を始めとする製品設計では様々な形状を扱うため、樹脂供給体による含浸挙動をシミュレーションできる技術が必要となる。本 FS 研究では、平板での含浸挙動を定性的に理解する解析手法を構築した。本 FS 研究の特徴的な樹脂流動挙動の経時変化を、(A) 繊維束の圧縮の効果を取り入れた樹脂フローフロントの追跡、(B) ボイドの空間分布の導出、モデル化し組み合わせることで表現した。また、連続の方程式（質量保存則）に、圧縮による樹脂湧き出し項を加えて、圧縮により修正された流動場分布を表現した。

図 3-2.7.3.2-8 は、厚さ方向中央にある樹脂供給体から、一定の距離でスライスしたときのボイド分布を表している。ボイドは、面外（厚さ）方向では樹脂供給体からの距離が近いほど、面内方向では端部に近い領域で大きくなる傾向が見られた。これは、含浸が不完全な CFRP 平板を断面観察した結果（図 3-2.7.3.2-9）とよく一致した。

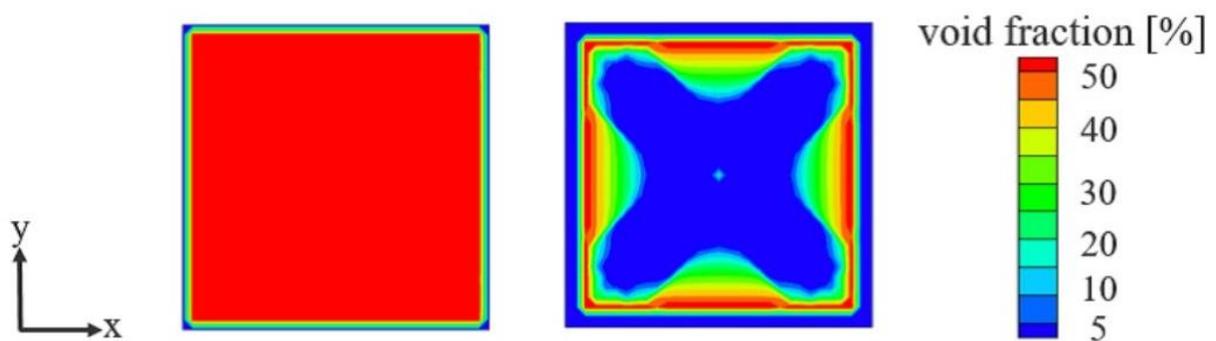


図 3-2.7.3.2-8 樹脂供給体からの距離とボイド分布の関係
(左: 0.2mm 右: 0.4mm)



図 3-2.7.3.2-9 含浸が不完全な CFRP 平板断面の顕微鏡写真

〈熱可塑性 CFRP との一体化〉

本 FS 研究は、熱可塑性 CFRP との一体化による、マルチマテリアルボディーへの適用を前提としている。本 FS 研究で得られた技術は、テーマ 28 「熱可塑性 CFRP の開発及び構造設計・加工基盤技術の開発」で構築された熱可塑性 CFRP (CFRTP) フォーム材の形状賦形技術 (図 3-2.7.3.2-10) との一体化を想定している。いずれも高速プレス成形に適合する技術であり、比重が極めて低い (水に浮く) CFRTP フォームを、本 FS 研究で構築した剛性に優れる CFRP で補強した CFRTP / CFRP ハイブリッド構造体は、優れた軽量化効果が期待できる。



図 3-2.7.3.2-10 熱可塑性 CFRP フォームのプレス成形品の例

CFRP と CFRTP の接合は、東レの保有する互いに混ざり合わない樹脂を貼り合わせるハイブリッド接合技術が適用できる。これは、異樹脂間でアンカー構造を形成させ、さらに補強繊維をアンカー部に貫通させることで、強い接合面を形成する技術である。本 FS 研究により、CFRTP、CFRP を適材適所に適用した熱可塑／熱硬化マルチマテリアルによる軽量構造体の要素技術が揃ったので、今後のテーマの中で、マルチマテリアル成形品を通してその効果を実証する。

以上により、本 FS 研究の中核である低圧・高速成形の目標は達成した。得られた知見を CFRTP とのマルチマテリアル化ならびに部材形状での性能実証に早期に適用するため、以降、CFRTP/CFRP ハイブリッド構造での自動車構造体について検討を行うこととした。

以下、テーマ番号 27C について説明する。

①CFRTP/CFRP 複合パネルの開発

複合パネルの概要を下記する。CFRTP/CFRP 複合パネルは、図 3-2.7.3.2-11 に示すように、CF 強化 PP (ポリプロピレン) 多孔質体からなる、低比重な CFRTP フォーム材をコアとして、高剛性な CFRP をスキンとしたサンドイッチ構造である。CFRTP フォーム材は、X 線 CT 画像 (東大撮影) に示すように、短繊維がランダムに配向した 3 次元構造を有し、軽量、高剛性、等方、均質性に加え、高膨張性、高膨張力を備えることが特徴である。また、従来材であるポリプロピレンフォーム対比、比曲げ弾性率に優れる材料である。

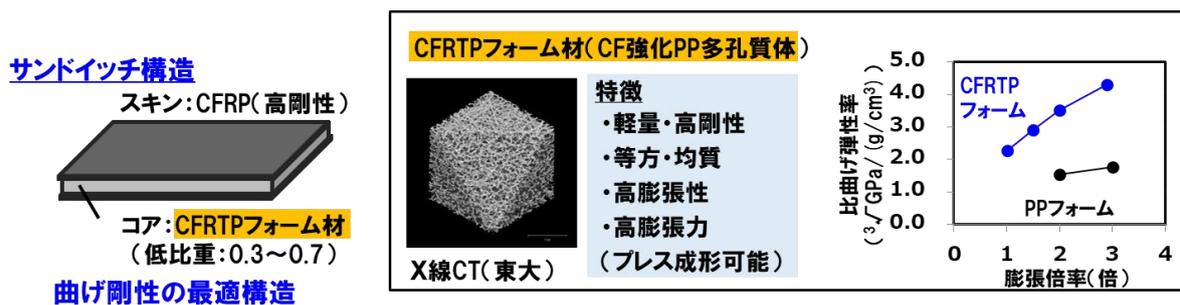


図 3-2.7.3.2-11 CFRTP/CFRP 複合パネル

CFRTP フォーム材のプレス成形性は、図 3-2.7.3.2-12 に示すように、プレス金型内に CFRTP フォーム材を配置して加熱プレスした後、型を開くと、CF の復元力で CFRTP フォーム材が自力膨張し、フォーム材でありながらプレスのみで形状賦形が可能である。

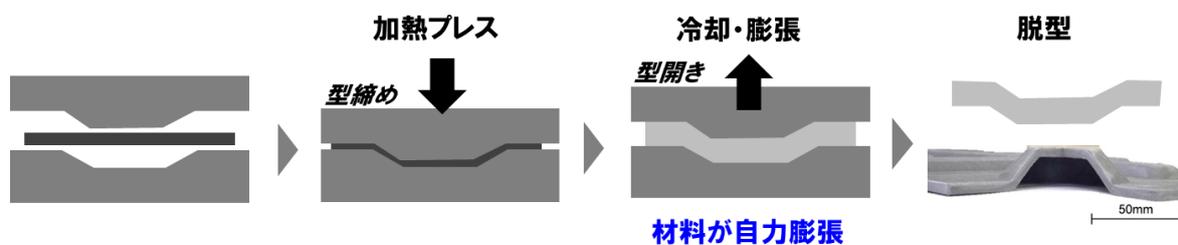


図 3-2.7.3.2-12 CFRTP フォームのプレス成形性

CFRTP/CFRP 複合パネル (平板) の製法と得られる成形品について説明する。製法は、図 3-2.7.3.2-13 に示すように、CFRTP フォーム材と CFRP の間に接着シートを挿入し、加熱加圧によりスキンとコアを接着させた後、型を開き、CFRTP フォーム材を膨張させて複合パネルを成形する。このように、プレスのみで複合パネルを接着部含めて成形することがポイントである。金型内に配置するスキンの CFRP として、熱硬化プリプレグを使用すると加熱・加圧と同時に硬化させることができ、成形効率を高めることができる。

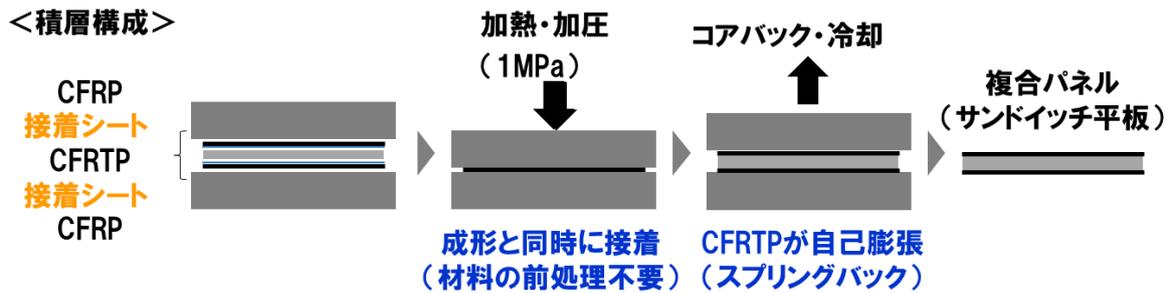


図 3-2.7.3.2-13 CFRTP/CFRP 複合パネルの製法

図 3-2.7.3.2-14 に複合パネルの成形品の外観を示すが、成形条件（温度、圧力、時間）の最適化と特定の離型フィルムを金型面と CFRP の間に配置することにより、表面品位を改善し、均質な表面を得ることに成功した。また、複合パネルの成形品の断面は、図 3-2.7.3.2-15 に示すように、健全な接合面を形成していることを確認した。

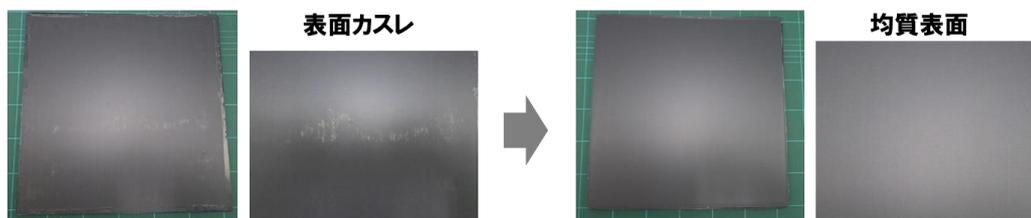


図 3-2.7.3.2-14 複合パネルの成形品（平板）

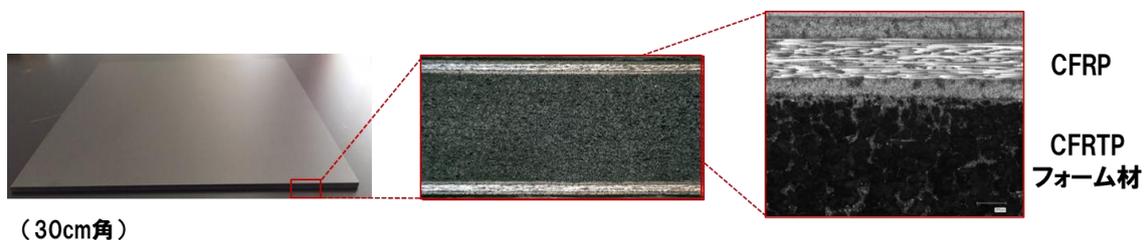


図 3-2.7.3.2-15 複合パネルの成形品（平板）の断面

①-1 複合パネルのスキン／コア接合面の健全性評価

以下、複合パネルの4点曲げ試験による接合面の健全性評価について説明する。

サンプルAは、熱硬化プリプレグを片面 [0°/90°/90°/0°] となるシンメトリー構成で4ply積層してCFRPスキンとし、CFRTPフォーム材が5mm厚となる設計でプレス成形機を用いて一体成形した。得られたサンドイッチ板のスキンとコアは容易に引き剥がせない程度に接合していたが、L/d=16として4点曲げ試験を実施したところ、スキンとコアの接合部で剥離して破壊した（図 3-2.7.3.2-16）。



図 3-2.7.3.2-16 4点曲げ試験による接合面の剥離の様子（サンプルA）

サンプルBは、CFRTP フォーム材と CFRP スキンの間に接着シート（熱可塑性樹脂シート）を挿入した点がサンプルAと異なる。一体成形し、得られたサンドイッチ板は、サンプルAと同様の試験により、スキンとコアの接合部で剥離して破壊した。

サンプルCは、成形温度を高めて一体成形した点がサンプルBと異なる。得られたサンドイッチ板はサンプルBとは異なりスキンとコアの接合部で剥離せず、コア材が剪断破壊した（図 3-2.7.3.2-17）。



図 3-2.7.3.2-17 4点曲げ試験による接合面の「剥離なし」の様子（サンプルC）

複合パネルの4点曲げによる接合面の健全性評価結果を表 3-2.7.3.2-3 にまとめた。スキンとコアの間に接着シートを挿入し、比較的高温での成形で健全な接合面の形成を確認した。

表 3-2.7.3.2-3 4点曲げ試験による接合面の健全性評価

	接着シート	成形温度	曲げ強度 (-)	曲げ弾性率 (-)	接合面
サンプルA	なし	中	100	100	×剥離あり
サンプルB	あり	中	64	181	×剥離あり
サンプルC	あり	高	130	116	○剥離なし

※サンプルAに対する相対値

①-2 複合パネルの面外圧縮特性

CFRTP/CFRP 複合パネルの面外圧縮特性について説明する。図 3-2.7.3.2-18 に示すように、複合パネルの上下面にアルミブロックを接着して圧縮荷重を与えて、コア材は CFRTP フォーム（3倍膨張）と競合材であるポリメタクリイミド（PMI）フォームにて実施した結果、競合材である PMI フォームは特定の歪み量で降伏が確認されたが、CFRTP フォーム材では明確な降伏挙動は確認されなかった。これは、PMI フォームは独立気泡構造であり、空隙が潰れて降伏するのに対し、CFRTP フォーム材は短繊維が

ランダムに配向した 3 次元構造を有しており、面外荷重を支えることができるためと考えられる。

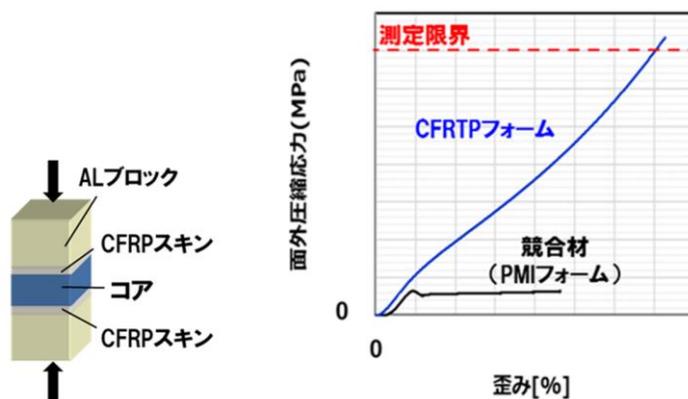


図 3-2.7.3.2-18 面外圧縮特性

①-3 複合パネルの衝撃特性

CFRTP フォームの発泡発泡倍率を上げると、材料としての剛性は低下する。この剛性低下は CFRTP フォームの両面を CFRP で覆う（サンドイッチ）ことによって複合パネル化によって補償できる。膨張による耐衝撃性の変化ならびに複合パネル化の影響について調べることを目的とした。なお、本材料はルーフなどの自動車部品への応用を目指しているので、衝撃性の評価には自動車用プラスチック分野で最も一般的である Izod 衝撃試験を採用した。また、近年当該分野で重視され始めている高速面衝撃試験（落錘試験）も実施した。炭素繊維複合材料分野ではこのような耐衝撃性評価は皆無に等しい。さらに両試験結果に相関性があるか否かを明らかにすることの意義は大きい。本記載の衝撃特性評価は再委託先である山形大学にて実施したものである。

(a) 試料

フォーム材として、表 3-2.7.3.2-4 に示すように、CFRTP フォーム 4 点、PMI フォーム 2 点を使用した。

- ・厚みが一定で（3 mm）、発泡倍率が異なる一連の試料（No. 2, 3, 5）
- ・同じ発泡倍率で（×3）厚みが異なる試料（No. 3, 4）
- ・比較試料としての PMI フォーム（No. 7, 11; 厚みが異なる）

また、複合パネルとして、表 3-2.7.3.2-5 に示すように、CFRP/CFRTP フォーム／CFRP 2 点と CFRP/ロハセル／CFRP 1 点を使用した。

表 3-2.7.3.2-4 フォーム材

RUN No.		2	3	4	5	11	7
サンプルコード		solid	F3_3	F3_5	F5	PMI_3	PMI_5
材料		CFRTP(CF/PP)			PMI		
密度	g/cm ³	1.09	0.41	0.36	0.22	0.11	0.11
発泡倍率	倍	1.0	3.0	3.0	5.0	-	-
厚み	mm	3.0	3.0	5.0	3.0	3.0	3.0

表 3-2.7.3.2-5 複合パネル

RUN No.		12	13	14
サンプルコード		S6	S3	PMI_s
コア材料		CFRTP	CFRTP	PMI
スキン材料		CFRP		
密度	g/cm ³	0.36	0.36	0.11
発泡倍率	倍	1.0	3.0	-
スキン厚み	mm	1.2*	0.6**	0.6**
コア厚み	mm	1.8	2.4	2.4

*[0°/90°/90°/0°] **[0°/90°]

(b) SEM 観察

走査電子顕微鏡 (SEM) 観察には、試料を液体窒素で冷却して破断して、破面をプラチナコーティングしたのちに SEM 観察した。

(c) 衝撃試験

JIS に従い、デジタル衝撃試験機を用いて Izod 衝撃試験を行った。試料をラボカッターで 10mm×60mm の短冊状に切り出して、30mm から下部を固定し、上部の中央を打撃した。面衝撃試験も図 3-2.7.3.2-19 の高速パンクチャー衝撃試験機を用いて実施した。試料を正方形 (600mm×600mm) に切り出し下図のように内径 40 mm の金属リングで固定し、中心部を直径 10 mm のストライカーを高速 (36 km/h) で降下させた。ストライカーにかかる荷重 (F) を変位量 (δ) の関数として計測した。同時に下部から試料裏面の形状変化を動画として収録した。

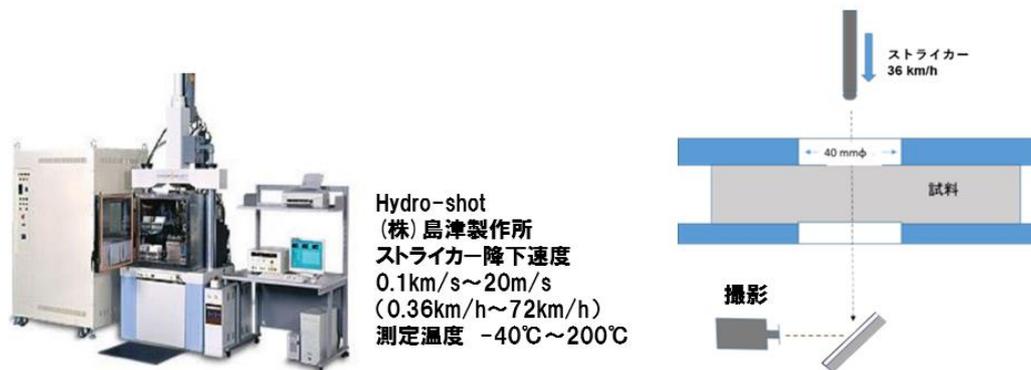


図 3-2.7.3.2-19 高速パンクチャー衝撃試験機 (山形大学)

(d) 結果と考察

図 3-2.7.3.2-20 に代表的なパンクチャー試験結果：荷重(F)ー変位(δ)曲線を示す。PMI フォーム (青線) に比べて CFRTP フォーム (赤線) は著しく高強度であることが分かる。ストローク進行方向の一部で赤線が負側にふれているのは、ストライカーが試料を突き抜けた後に自動的に逆方向に戻る設定になっており、ストライカーと試

料の間の摩擦力を負値として計測するためである。

図 3-2.7.3.2-21 にパンクチャー試験後の、ストライカー打ち込み側（表）と突き抜け側（裏）の写真を示す。PMI では大きく成長した亀裂がみられるのに対して、CFRTP フォームでは、そのような“危険な亀裂”の成長は見られない。

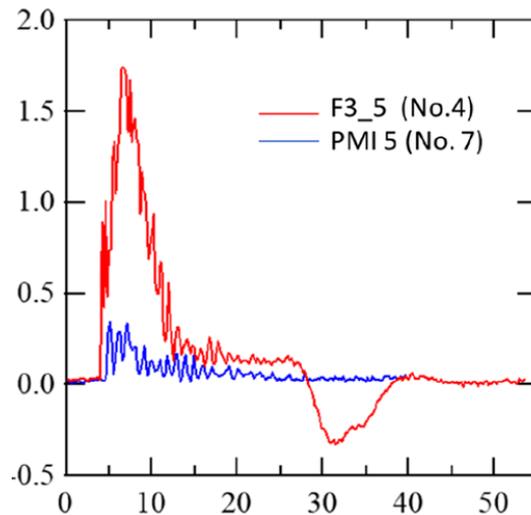


図 3-2.7.3.2-20 CFRTP フォームと PMI フォームの荷重-変位曲線

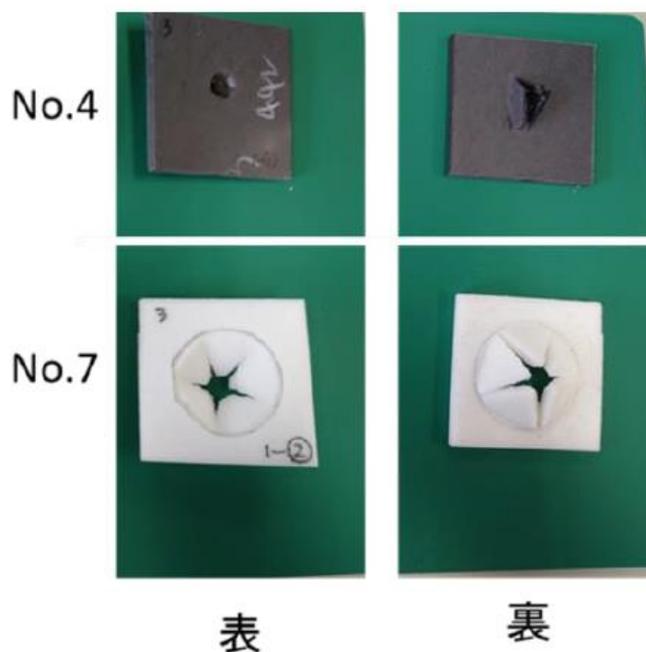


図 3-2.7.3.2-21 パンクチャー試験（図 3-2.7.3.2-20）後の試料の写真

図 3-2.7.3.2-22 に CFRTP フォームの SEM 写真を示す。100 μ m 前後の空孔が見られる。これらとは別に幅 10 μ m/長さ 50 μ m の細長い空孔もみられる。おそらく CF-CF 間の剥離によってできたもの（図 3-2.7.3.2-23 参照）と考えられる。

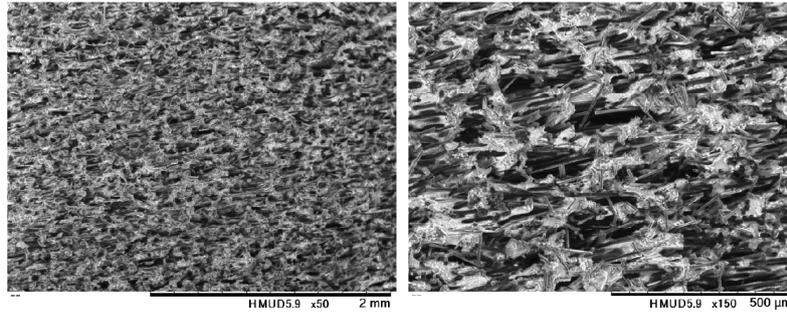


図 3-2.7.3.2-22 CFRTP フォーム (S5) の SEM 写真

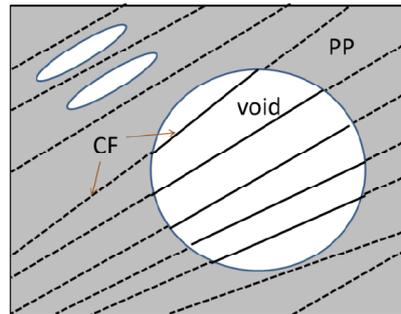


図 3-2.7.3.2-23 CFRTP フォームの構造模式図

図 3-2.7.3.2-23 の模式図は、図 3-2.7.3.2-22 の SEM 写真より CFRTP フォームの構造を描画したものである。直径 100 μ m の空孔を CF が貫通している。CF 繊維長は含侵工時に著しい切断がおこらないとすれば 7 mm、つまり空孔の 1000 倍弱の長さを有することになる。このような発泡体は他に例がなく、導電性・EMI 特性・誘電性・熱伝導性・軽量性などの視点で特徴ある材料として位置づけされる可能性が考えられる。

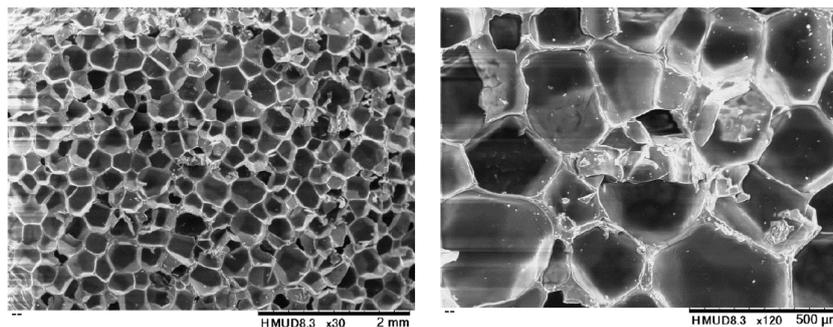


図 3-2.7.3.2-24 PMI フォームの SEM 写真

図 3-2.7.3.2-24 に PMI フォームの SEM 写真を示す。200~300 μ m の空孔がみられ、空孔間の壁の薄さからすれば、かなりの高倍率（おそらく 20 倍以上）のフォームであると推察される。上記の PMI フォームの低強度は主としてこの高発泡によると考えられる。

CFRTP の Izod 衝撃強度は図 3-2.7.3.2-25 のように発泡倍率が高いほど低くなった。パンクチャー試験の最大荷重も同様に低下した。

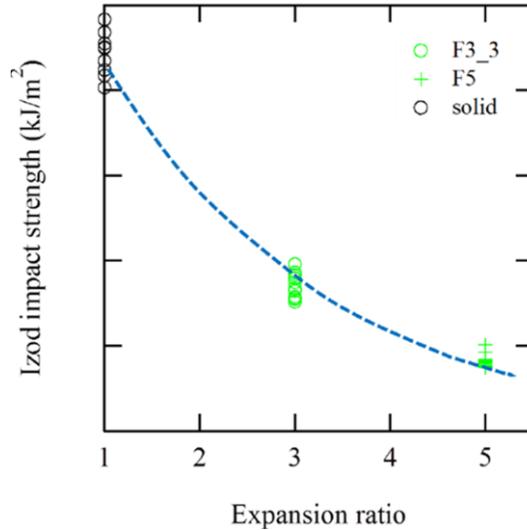


図 3-2.7.3.2-25 CFRTP フォームの膨張率と Izod 衝撃強度の関係

図 3-2.7.3.2-26 に最大荷重 F を Izod 衝撃強度に対してプロットした。実線のように両者に良好な相関が見られる。これら実線上の試料は厚みが一定 (3 mm) で発泡倍率が異なっている。

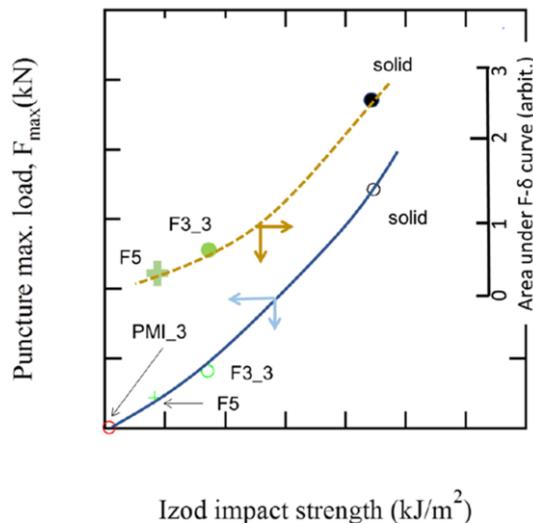


図 3-2.7.3.2-26 パンクチャー衝撃強度と Izod 衝撃強度の相関

まとめとして、図 3-2.7.3.2-27 の F_{max} -Izod 衝撃強度マップ上に以下の①～③の傾向を矢印で示した。

- ①CFRTP の発泡倍率による耐衝撃性の低下
- ②CFRTP フォームの CFRP スキンによるサンドウィッチ化による耐衝撃性の向上
- ③CFRTP スキンの厚み増加 (2ply 化) による更なる耐衝撃性の向上

スキンの厚肉化の矢印が垂直に向いていることに注目すべきである。剛直な CFRP の相対的な厚みが増すことによって F_{max} が増大するのは当然であるが、Izod 値増大には無効である。

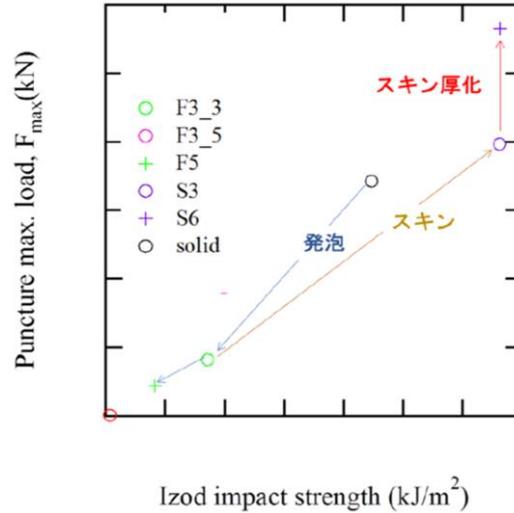


図 3-2.7.3.2-27 発泡、サンドイッチ化による衝撃特性の変化

図 3-2.7.3.2-28 に発泡前、発泡後ならびに CFRTP フォーム / CFRP サンドウィッチ (複合パネル) のパンクチャー荷重-変位曲線を示す。それぞれの曲線の下面積は衝撃エネルギーの尺度の一つであると考えられる。これら面積 (相対値) を図 3-2.7.3.2-26 に破線で示した。Fx と同様に Izod 値と良好な相関を示している。つまり、これまでの限られた試料で見ると、CFRTP フォームの耐衝撃性は Fmax、F- δ 曲線下の面積、Izod 衝撃強度のいずれで評価しても問題はなさそうである。

図 3-2.7.3.2-28 でさらに議論すべきは、F- δ 曲線の形状そのものである。すべてのフォームは発泡前 (solid) に比べて小さな変位で座屈 (F の急激な低下) している。延性の低下、一種の脆化が起こっている。脆化の原因として次記の推論が考えられる。

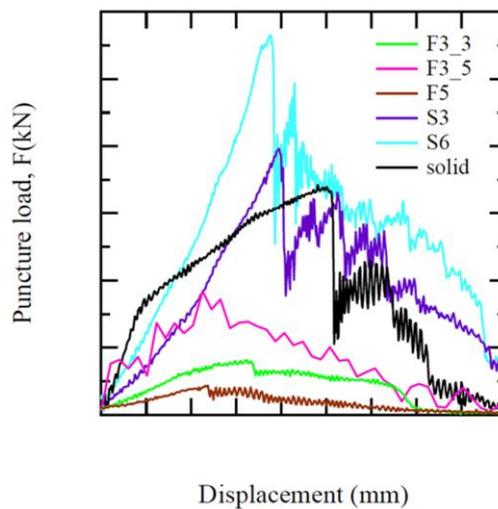


図 3-2.7.3.2-28 CFRTP およびそのフォームのパンクチャー荷重-変位曲線

スプリングバックによる発泡は面方向 (xy 面) で拘束され、主として厚み方向 (z 方向) のみで選択的に起こる。これによって CF 配向に異方性が生じる。つまり、z 方向に向いた CF が増えて xy 方向に向いた CF 数が少なくなる。この CF 配向の異方性

のため、小さな δ で内部破損が生じる。つまり座屈により延性が低下すると推察される。図 3-2.7.3.2-29 にパンクチャー試験後の写真を示す。

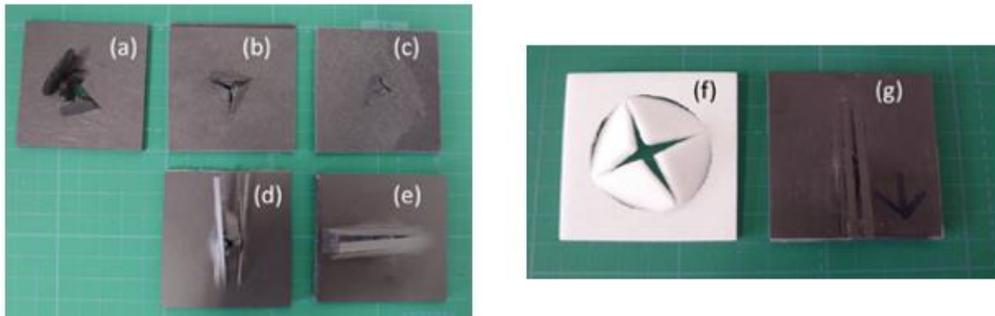


図 3-2.7.3.2-29 パンクチャー衝撃試験後の写真：ストライカー貫通面（裏）
(a)solid, (b)f3_3, (c)F3_5, (d)S3, (e)S6, (f)PMI_3, (g)PMI_s

さらに、複合パネルの耐衝撃性に及ぼす衝撃速度や環境温度の影響について評価した。CFRTP コアは粘弾性体である PP を母材としているので、材料特性が温度や変形速度に大きく依存すると考えられ、この依存性が顕著であれば、耐寒性や衝突安全性の観点から自動車部材として採用が困難となる。温度・速度依存性の評価は必要不可欠な研究課題であると考えられる。

面衝撃試験を図 3-2.7.3.2-19 の高速パンクチャー衝撃試験機を用いて実施した。試料を正方形（600mm×600mm）に切り出し、右図のように内径 40mm の金属リングで固定して、中心部に向けて直径 10 mm のストライカーを一定速度で降下させた。ストライカーにかかる荷重を変位量の関数として計測した。試料室温度を -30℃ ~ 50℃、ストライカー降下速度を 0.5~72km/h と変量した。

図 3-2.7.3.2-30 に示すように、複合パネルの衝撃試験の速度依存性（0.5~72km/h）と温度依存性（-30~50℃）を評価した結果、衝撃強度にいずれも大きな変化は見られず、自動車部材として好ましい結果と考えられた。

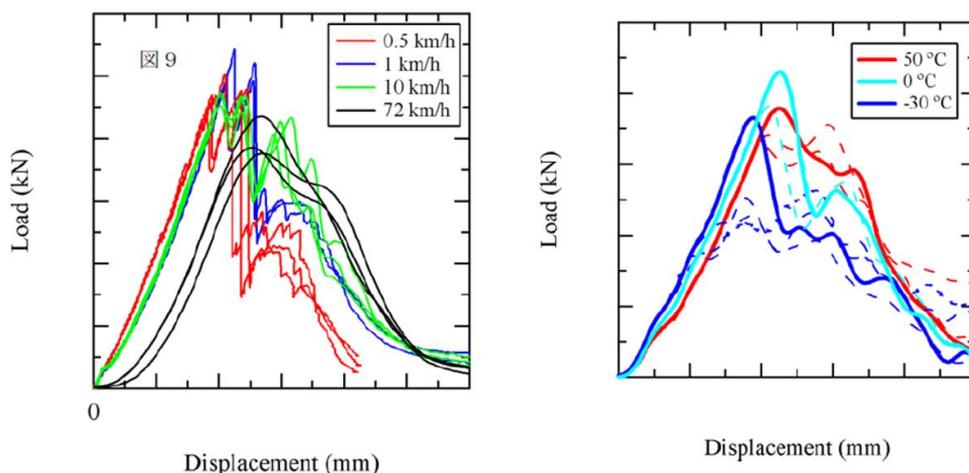


図 3-2.7.3.2-30 複合パネルの衝撃試験
(左：速度依存性、右：温度依存性、山形大学データ)

①-4 遮音性

EV車の普及につれて、自動車の静粛性は著しく向上するが、一方で今までエンジン音でかき消されていたロードノイズ（700～1200Hz）やルーフの雨音等（1000～2000Hz）の騒音が課題となり始めており、複合パネルの位置づけを明確にする必要がある。そこで、**図 3-2.7.3.2-31** 左に示す透過損失を指標として、遮音性の評価を実施した。複合パネルは、CFRP スキンを片側 0.6mm、CFRTP コアを 3.8mm として、トータル厚み 5.0mm とした。比較材として、スチール 0.8mm を用いた。

図 3-2.7.3.2-31 右に示すように、複合パネルは従来スチールよりも透過損失が高く、遮音性のポテンシャルを確認した。

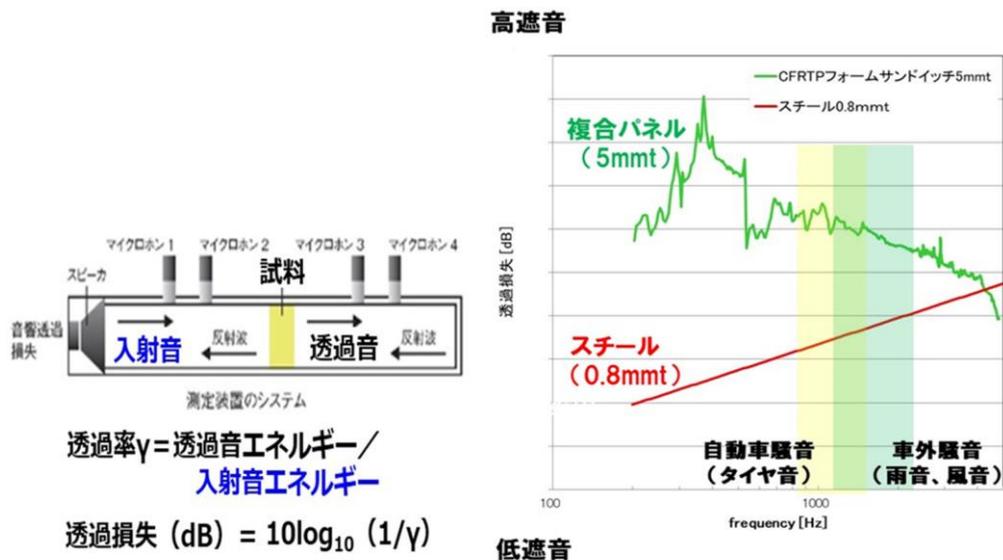


図 3-2.7.3.2-31 複合パネルの遮音性評価

①-5 吸音性

前項に続き、2022年度に CFRTP コア材の特徴である微少かつ均質な空隙構造が、多孔質吸音材に類似していることに着眼し、吸音率の測定を実施した。**図 3-2.7.3.2-32** に車内空間における吸音材の適応部位を示す。一般論として車体が影響を受ける音域は 10～10000Hz と広域であるものの、重要視されるのは 50～2000Hz 付近のロードノイズ（タイヤと路面の摩擦音）とされている。他には走行中の風切り音やエンジンの放射音とされている。

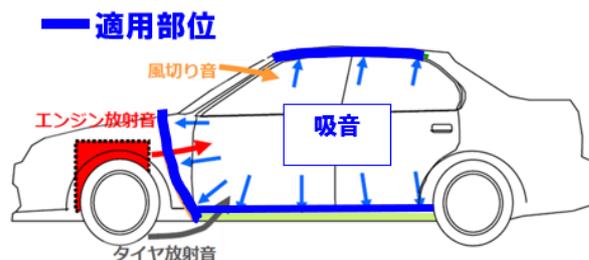


図 3-2.7.3.2-32 自動車における吸音材の配置位置

CFRTP コア材の吸音性を測定し、自動車への適応を考察するべく、日本音響エンジニアリング株式会社にて、吸音率の測定を行った。また、多孔質構造体の吸音特性発現の指標である、迷路度、流れ抵抗の測定を実施した。

(a) 迷路度

迷路度は、多孔質体の構造中における空隙の緻密性（複雑さ）を表す指標であり、多孔質体に超音波パルスを入力し、多孔質体の有無における透過までの速度差により、以下の式にて求める。迷路度が高いほど、内部構造が緻密（複雑）であることを表す。

$$\alpha_{\infty} = \left(\frac{C_0}{C}\right)^2 \cdot (l - 2\varphi)$$

ここで、 α_{∞} は迷路度、 C_0 は空気中の音速（m/s）、 C は材料中の見かけの音速（m/s）、 φ は loss angle of complex wave number である。なお、 φ は1より十分に小さく、測定上は無視される。

(b) 流れ抵抗

流れ抵抗は多孔質体中の空気の流れにくさを表す指標であり、言い換えると通気度に相当する。多孔質体に微風速を与えてその前後の圧力差を測定する手法であり、ISO9053 に定められる。測定により得たパラメータを以下の式に代入して求める。流れ抵抗が高いほど、内部構造に通気性が低く、音波が通りにくいことを表す。

$$Rf = p/(d \cdot v)$$

ここで、 Rf は流れ抵抗（ $N \cdot s/m^4$ ）、 p は材料前後の圧力差（ N/m^2 ）、 d は材料厚み（mm）、 v は風速（m/s）。

迷路度および流れ抵抗の測定水準及び結果を表 3-2.7.3.2-6 に記す。CFRTP コア材の空隙率を変化させたものを中心に測定し、対比材として自動車天井材の内部に使用される硬質フェルト（2種）を測定項目に加えた。

表 3-2.7.3.2-6 迷路度および流れ抵抗の測定水準および結果

		1	2	3	4	5
サンプルコード		CFRTP50	CFRTP65	CFRTP80	H-Felt	S-Felt
材料		CFRTP(CF/PP)			硬質フェルト	
密度	g/cm ³	0.54	0.36	0.22	0.22	0.08
発泡倍率	倍	2.0	3.0	5.0	-	-
厚み	mm	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
迷路度	-	85	100	170	60	51
流れ抵抗	N・s/m ⁴	417	100	2.2	1.5	0.1

※迷路度、流れ抵抗はサンプル2を100としたときの相対値

測定結果をまとめたものを図 3-2.7.3.2-33 に示す。CFRTP コアは空隙率を変化させることで多孔質体として、迷路度（緻密性）、流れ抵抗（通気度）を変化させることができ、空隙率が高いほど、空気（音波）を複雑な材料内に通気（侵入）させることができることが分かり、吸音率の向上に期待が持てることが分かった。既存硬質フェルトが流れ抵抗のみに優れた値であった。

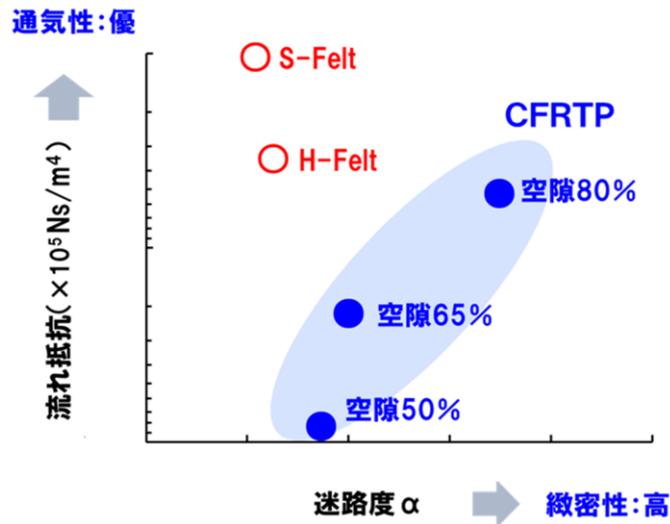


図 3-2.7.3.2-33 CFRTP の迷路度と流れ抵抗の関係

(c) 吸音率

迷路度、流れ抵抗の測定に用いた水準の内、CFRTP コア材について、ISO10534-2 「音響管による音響インピーダンス測定」に基づき、垂直入射級率を測定した。図 3-2.7.3.2-34 に測定装置の概略を示す。測定は剛壁に測定サンプルを直接設置（背面層を設けない）することで、材料そのものの吸音性能の測定をおこなった。

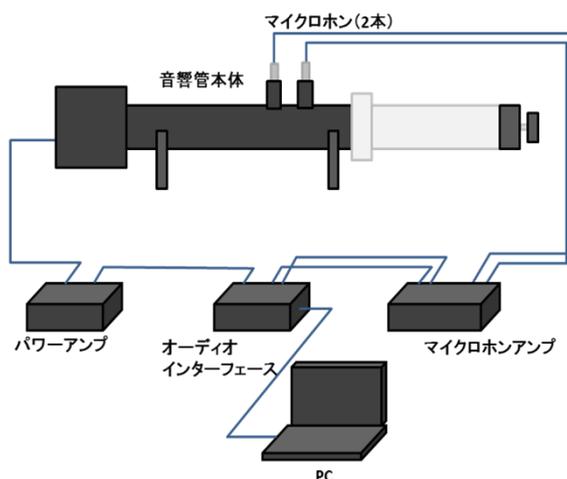


図 3-2.7.3.2-34 吸音率測定装置の概略

測定結果を図 3-2.7.3.2-35 に示す。CFRTP コア材と硬質フェルトとの比較において、素材や迷路度、流れ抵抗などとの相関はなく、同様の吸音性能となった。吸音性のグラフから空隙率 50%の空気（音波）を通しにくい水準においても、吸音性が測定され

ていることから、現実を即していると考えにくい結果となった。そのため、測定方法を変更して、再度測定を実施した。なお、硬質フェルトは迷路度、流れ抵抗にて測定した柔軟層（S-Felt）と剛直層（H-Felt）を実際の使用時と同様に積層して測定した。

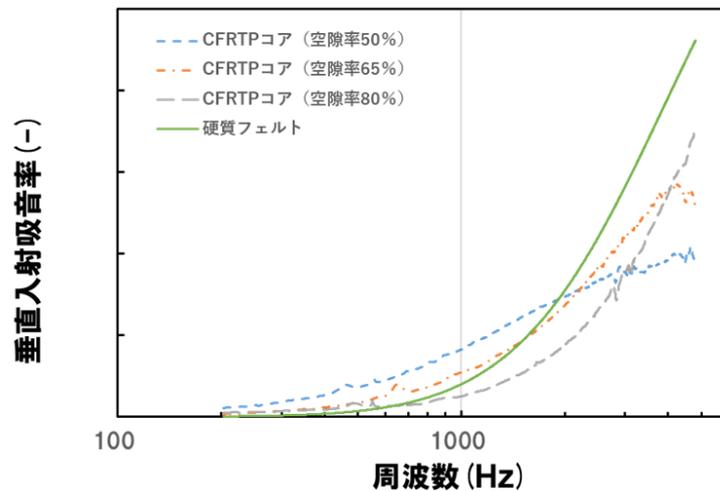


図 3-2.7.3.2-35 吸音率測定結果（背面層なし）

空気の侵入と内部構造の緻密性を活用した測定方法として、図 3-2.7.3.2-36 に示すように、吸音管内において、評価サンプルの背面層に空間を設けて測定を実施した。これは吸音構造体として音波の波長を考慮した測定方法であり、ターゲットとする周波数（ロードノイズの中心である 1000Hz 付近）の吸音を考慮した。

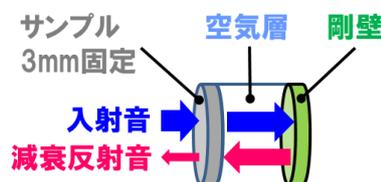


図 3-2.7.3.2-36 吸音率測定方法（背面層 50mm）

本測定方法において、CFRTTP コア材について、迷路度、流れ抵抗測定の結果を反映し、空隙率が高いほど、吸音率に優れる結果となった（図 3-2.7.3.2-37）。これは、流れ抵抗が低いことにより、CFRTTP コア材内に空気（音波）の侵入が容易となり、さらに迷路度が高いことで音波が CFRTTP コア材内を複雑に進み材料内で音響エネルギーが熱エネルギーとして吸収されたためと考えられた。これは、空気伝搬音の抑制メカニズムと同様である。

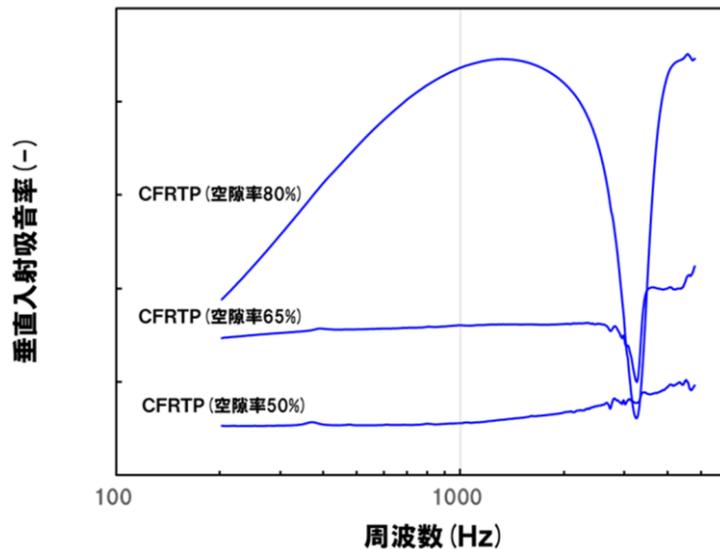


図 3-2.7.3.2-37 CFRTP コア材の周波数と吸音率の関係

②CFRTP/CFRP 複合パネルの形状賦形

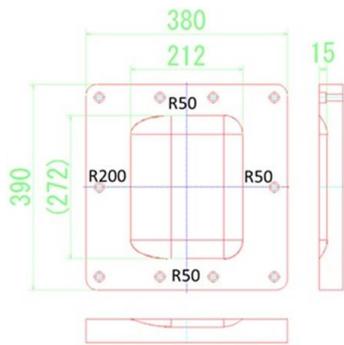
本プロジェクトにて開発した CFRP/CFRTP サンドイッチ構造を基準として、自動車ルーフ形状の形成を行うためにこれらの形状賦形に関する検討を東レ（株）及び（株）タカギセイコーの共同で実施した。CFRP/CFRTP サンドイッチ構造の成形を実現させるためには、以下の手法が考えられる。

- (a) CFRP と CFRTP を個別に形状賦形し、その後に接着剤などを用いて接着接合する手法
- (b) 形状賦形した CFRTP の表面にプリプレグ（CFRP 原料）を配置し、オートクレーブにより硬化と接着を行う手法
- (c) プリプレグと CFRTP を一度にプレス機に投入し、賦形と接着接合を同時に行う手法

上記のいずれにおいても形状の実現が可能と考えられるものの、設備が簡単であることや熱可塑性樹脂を用いた CFRTP の成形加工の実績から、上記（c）のプリプレグと CFRTP を一度にプレス機に投入し、賦形と接着接合を同時に行う手法を選択し、自動車ルーフ形状を作製への事前検討として、賦形性の確認検討を試みた。

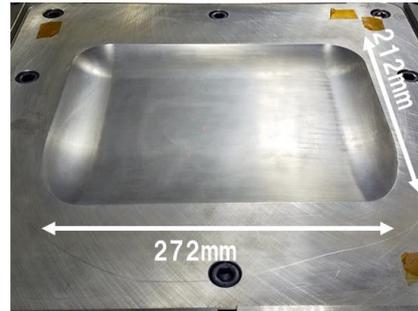
本検討では、成形方法を選択し、実現させる形状を勘案した上で求められる立体形状の要素検討として、図 3-2.7.3.2-38 に示すように、R 部を有する要素金型を用いて成形検討を実施した。ここで、使用したプレス成形機は、機構上盤面の稼働精度が高いことから、株式会社アミノが所有している「トグル式サーボプレス装置」を使用した。

R部を有する要素金型で検証



立体形状検討用金型
(タカギセイコー社)

金型(上)



金型(下)

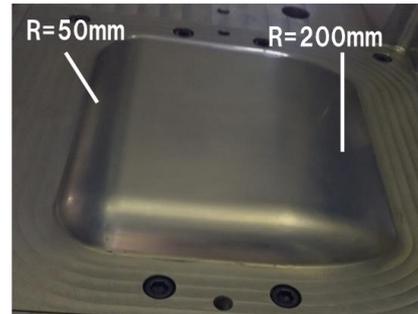


図 3-2.7.3.2-38 R部有する要素金型

立体形状の製法は、図 3-2.7.3.2-39 に示すように、複合パネルの平板成形と同様に、接着シートをスキンとコアの間に挿入して、加熱プレスにて成形と同時に接着させ、型開きをおこない、CFRTP を膨張させることで作製した。CFRTP は、金型に賦形しやすいように予め熔融させて使用した。

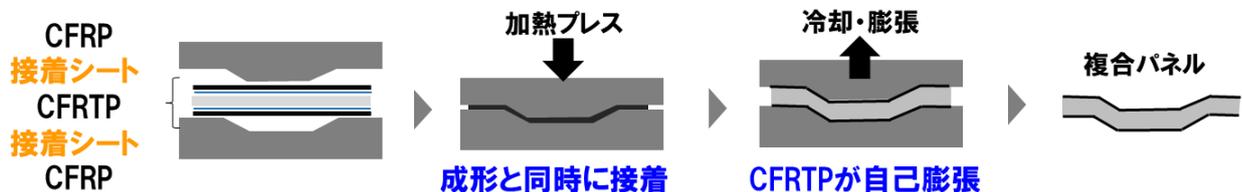
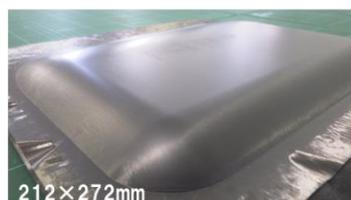
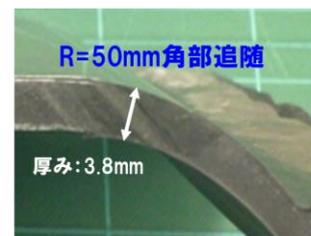


図 3-2.7.3.2-39 複合パネル（立体形状）の製法

成形検討を推進した結果、成形条件（温度、圧力、時間）の最適化により、図 3-2.7.3.2-40 の写真に示すように、表面平滑な成形品を得ることに成功し、また、R=50mm の角部でも追従して、ルーフ形状の曲面追従が可能であることが分かった。また、成形品の厚みは 3.8mm±0.1mm を再現性よく成形できた。



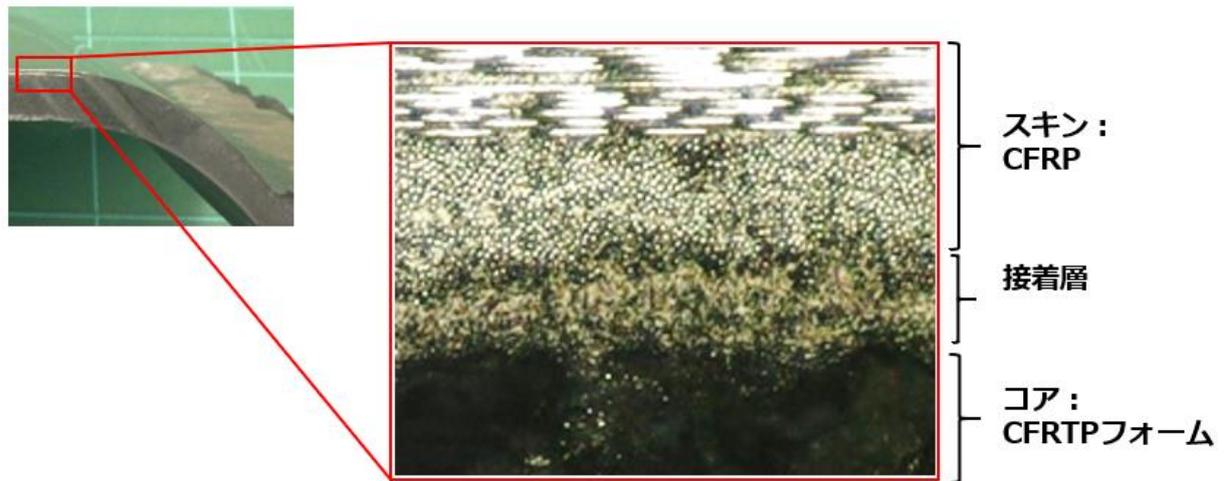
表面平滑



ルーフ形状の曲面追従が可能

図 3-2.7.3.2-40 立体形状成形品

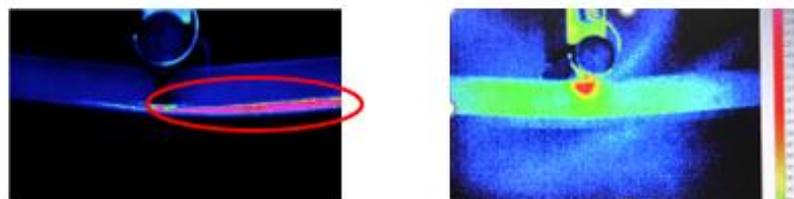
成形品の断面写真を図 3-2.7.3.2-41 に示す。スキンとコアが接着層を介して接合しており、接合面の健全性を確認した。



接着層を介してスキンとコアが接合

図 3-2.7.3.2-41 立体形状成形品の断面写真

次に、図 3-2.7.3.2-42 に示すように、サーモビューアでの 3 点曲げの破壊起点の可視化によるスキン／コアの接合の健全性を評価・観察する手法の確立をおこなった。また、図 3-2.7.3.2-43 左に示すように、3 点曲げ衝撃試験により、複合パネルは延性的な破壊挙動を確認し、スキン／コアの健全性の効果を示した。



他材: スキン/コアの剥離

複合パネル: 剥離なし

図 3-2.7.3.2-42 サーモビューアでの 3 点曲げの破壊起点の可視化
(東京大学データ)

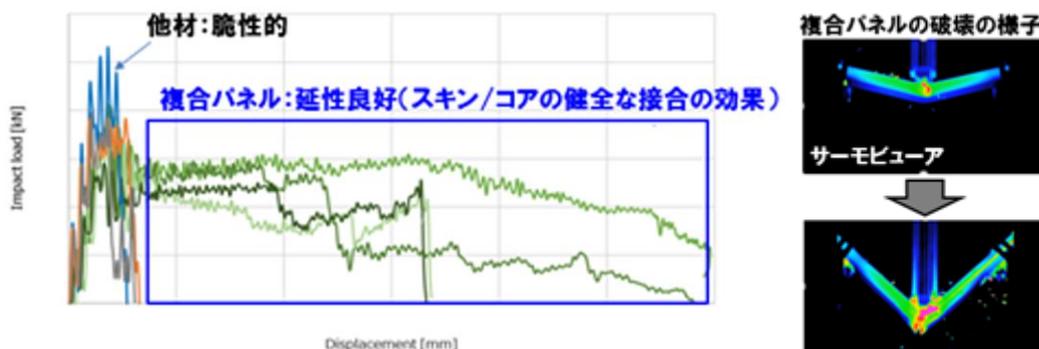


図 3-2.7.3.2-43 複合パネルの 3 点曲げ衝撃試験
(左; 変位-荷重、右; 破壊の様子、東京大学データ)

③CFRTP/CFRP ハイブリッド部材の形状設計

CFRTP/CFRP 複合パネル材料およびその賦形手法の開発と並行して、ターゲット部材としてルーフパネルを選定し、材料の性能を最大限発揮できる構造設計により、50%軽量化のシミュレーションと図面化を実施した。軽量化に関する解析は株式会社富士テクノリサーチに外注した。以下、詳細を説明する。

ベンチマーク部材として、**図 3-2.7.3.2-44** に示すように、普通自動車のスチール製ルーフを購入し、3D 形状計測ならびに CAD 化を行った。フローを**図 3-2.7.3.2-45** に示す。

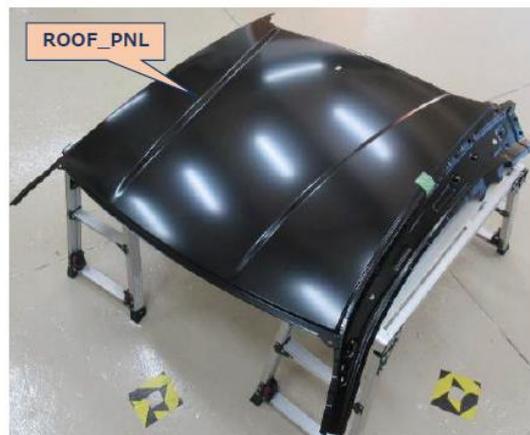


図 3-2.7.3.2-44 ベンチマーク部材

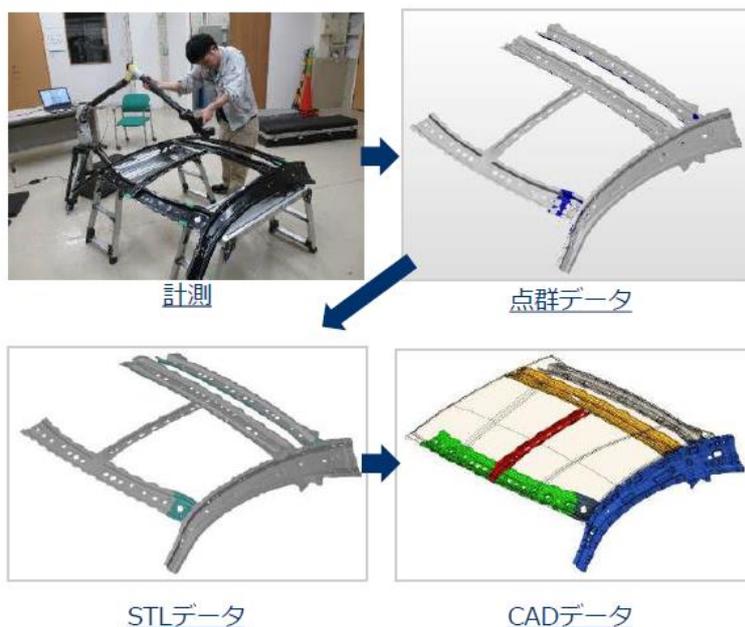


図 3-2.7.3.2-45 3D 形状計測とデータ処理の流れ

上記作成した CAD データを用いて、**図 3-2.7.3.2-46** に示すように解析モデルの作成を行った。部品の板厚中心にシェル要素でモデル化し、断面特性は計測した厚さを設定し、材料特性は材料に即した値をそれぞれ設定した。本検討における積層構成は

[90°/0°/CFRTP/0°/90°] とした。



図 3-2.7.3.2-46 解析モデル

CAE 解析は、スチールから複合パネルへの材料の置き換えを行っても、面剛性、点剛性、衝突性が損なわれないように、50%軽量化実現可能な最適構造設計を成形技術と連動させて実施した（表 3-2.7.3.2-8）。

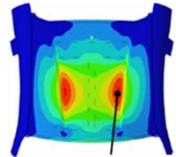
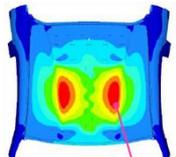
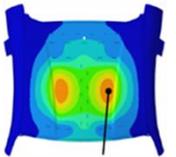
表 3-2.7.3.2-8 CAE 解析評価概要

評価項目	剛性性能評価1	剛性性能評価2	衝突性能評価
解析種類	静解析	静解析	衝突解析
荷重条件	面荷重条件 (積雪荷重を表現)	圧子荷重条件 (手押し荷重を表現)	バリア強制移動 (車両転倒を表現)
荷重値	重量140kg	変位量1.0~2.5mm (スチールが降伏する条件で決定)	ピーク荷重が確認できるまで ストローク
材料特性	弾性材	弾性材	弾塑性材
解析イメージ	<p>FRONT view</p>	<p>BOTTOM view</p>	<p>FRONT view</p> <p>SIDE view</p>
評価指針	<ul style="list-style-type: none"> ●変位量 ●塑性・損傷起点到達率 	<ul style="list-style-type: none"> ●損傷起点到達率 	<ul style="list-style-type: none"> ●ピーク荷重 ●エネルギー吸収量

CAE 解析によると、衝突性能よりも剛性性能の方がクリティカルであったため、剛性性能を基準にして解析を進めた。表 3-2.7.3.2-9 に示すように、スチール製のベンチマークから複合パネルへの単純置き換えでは、曲げ剛性が 55%に減少するが、コア層を厚くする設計により、剛性がアップし、全体板厚 1.9mm にて等価剛性を実現でき、74%の軽量化を得られる解析結果を得た。

表 3-2.7.3.2-9 CAE 解析結果

外注先: 富士テクニカルリサーチ

狙い	ベンチマーク	ハイブリッド材への単純置換	コア層を厚くして剛性アップ
構成	スチール製	CFRP/CFRTP/CFRP (0.26mm/0.13mm/0.26mm)	CFRP/CFRTP/CFRP (0.30mm/1.3mm/0.30mm)
板厚	0.65mm	0.65mm	1.9mm
剛性評価 (面荷重)	 最大変位: 1(相対値)	 最大変位: 2.3	 最大変位: 0.9
曲げ剛性	100(相対値)	55	100
重量	5.7kg	0.9kg(-84%)	1.5kg(-74%)

50%軽量化に目処

さらに、オプションの要素として、高温環境下（80℃）で CFRP/CFRTP サンドイッチ構造体の材料特性が 20%低下することを前提に再解析を実施し、板厚 2.7mm（スキン層 0.6mm、コア層 2.1mm）、67%軽量化のシミュレーションを得た。図 3-2.7.3.2-47 にルーフ形状の最終設計図面を示す。本図面を元にルーフを試作して、部材としての軽量性を実証していくこととした。

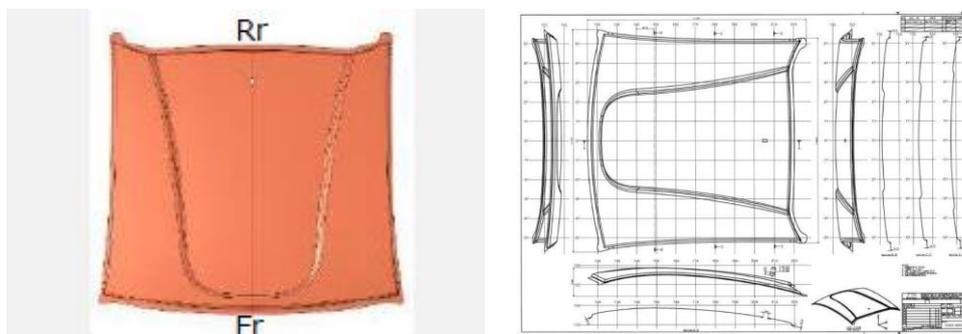
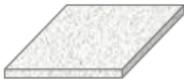
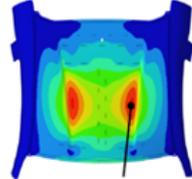
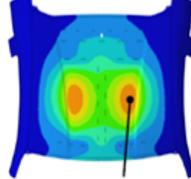


図 3-2.7.3.2-47 ルーフ形状の最終設計図面

さらに、表 3-2.7.3.2-10 に示すように、ユーザー目線の設計により、面内剛性も考慮した設計に変更して、50%軽量化が実現できる最終仕様を決定した。

表 3-2.7.3.2-10 ルーフの形状設計

	現行スチール	初期設計 (材料メーカー目線)	最終設計 (ユーザー目線)
構成	 ヤング率206GPa 比重7.48	 CFRPスキン(0.3mm) CFRTPコア(1.3mm)	 CFRPスキン(0.6mm) CFRTPコア(1.1mm)
剛性評価 (面荷重)	 最大変位:1(相対値)	 最大変位:0.9	仕様変更のポイント 面内剛性を確保のため、 スキン層に高弾性率C Fの使用、厚み増加
厚み (mm)	0.65	1.90	2.30
重量(kg)	5.7kg	1.5kg (-74%)	2.8kg (-50%)

④CFRTP/CFRP ハイブリッド部材の成形

④-1 実大ルーフの仕様

前項にて設計した自動車ルーフ形状を用いて実寸サイズの CFRTP/CRFP サンドイッチ構造の自動車ルーフの成形検討を実施した。

〈使用材料〉

- ・ CFRP：一方向性炭素繊維プリプレグ①（東レ“トレカプリプレグ”）
- ・ CFRP：一方向性炭素繊維プリプレグ②（東レ“トレカプリプレグ”）
- ・ CFRTP：東レ研究開発品、ポリプロピレン樹脂仕様

〈使用装置〉

- ・ プレス装置：1200 トン油圧プレス装置（川崎油工（株）製）（図 3-2.7.3.2-48 左）
- ・ 成形金型：ルーフ形状金型（図 3-2.7.3.2-48 右）

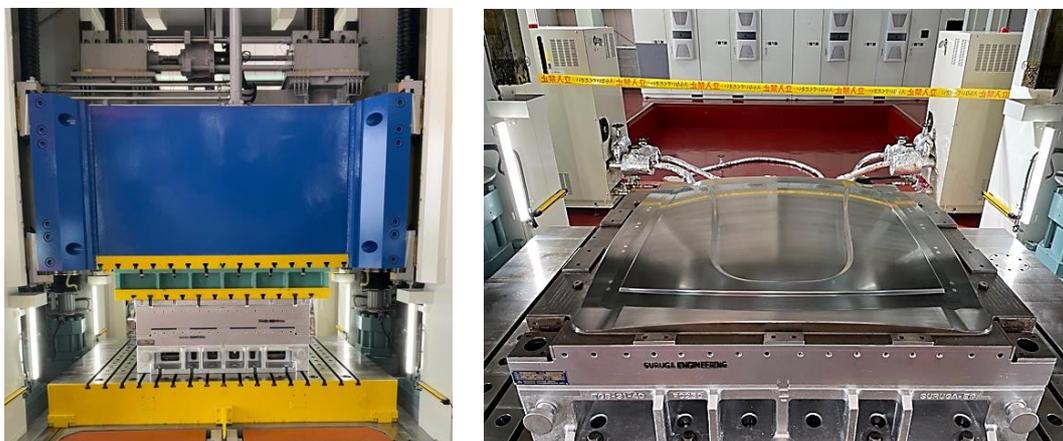


図 3-2.7.3.2-48 成形インフラ（左：プレス装置、右：成形金型）

〈ルーフ構成〉

以下の2種類を設定した。タイプ1が面外剛性を考慮した上でスチール材対比、軽量化率50%を達成する構成であり、タイプ2は面内剛性を考慮した上で、軽量化率50%を達成する構成となる。

- ・タイプ1：[0/0/90/90/CFRTP/90/90/0/0]
- ・タイプ2：[0/±45/90/CFRTP/90/±45/0]

数字はCFRPの繊維の配列方向であり、0°は車体進行方向に相当する。タイプ1については、タイプ2とCFRPの厚みを合わせるために0°を2層、90°を2層ずつ積層した。

〈成形条件〉

上記構成におけるプレス成形条件の導出を行った。成形条件は大別すると以下のA、B、Cのパラメータに分けられる。

A.成形圧力

成形材料を金型形状に賦形するために必要な圧力であり、成形品の投影面積に対する荷重である。一般的に面圧(MPa)で表す。

B.成形温度

本項では金型温度を指す。本検討では熱硬化性CFRP(プリプレグ)の硬化可能温度と溶融したCFRTPコア材固化温度により決定される。

C.成形時間

金型内に保持される時間の合計である。成形温度における熱硬化性CFRP(プリプレグ)の脱型可能時間と溶融したCFRTPコア材固化時間に関連づけられる。

上記パラメータから、熱硬化性CFRPの推奨硬化時間の異なる2種について検討を実施し、成形条件を導出した。水準と結果を表3-2.7.3.2-11に記す。

上記検討から、成形の基本条件を得ることができたため、成形品の採取を開始した。

表 3-2.7.3.2-11 成形条件検討水準

		#1	#2	#3	#4
スキン材	CFRP	①	①	①	①
コア材	CFRTP	CF/PP	CF/PP	CF/PP	CF/PP
積層構成	タイプ	1	1	1	1
成形温度	-	低	中	高	高
成形圧力	-	中	中	低	中
成形時間	-	長	長	長	短
賦形状態	○×	○	○	○	○
表面状態	○×	×	×	×	×
その他	-	未硬化	-	-	厚みムラ

		#5	#6	#7	#8
スキン材	CFRP	①	①	①	②
コア材	CFRTP	CF/PP	CF/PP	CF/PP	CF/PP
積層構成	タイプ	1	1	2	1
成形温度	℃	高	高	高	中
成形圧力	MPa	中	高	中	中
成形時間	分	長	長	長	短
賦形状態	○×	○	○	○	○
表面状態	○×	○	○	○	○
その他	-	-	角良好	-	-

〈成形実証〉

図 3-2.7.3.2-49 に成形品を示す。成形品の品質としては、CFRTP コアに分割部があるため継ぎ目部分がはっきり分かり、CFRTP コアの表面状態が CFRP スキンの表面形状に影響を与えていることがわかる（図 3-2.7.3.2-49 左）。成形条件を調整した水準に関しては、成形材料にしっかりとプレス装置からの圧力が加わることで金型キャビティ内にて材料表面と金型表面の間に空間が発生していないため、中心部の基材分割線を最小限に抑えることができている（図 3-2.7.3.2-49 右）。ただし、この現象については、CFRTP を 1 枚構造とすることで改善される見込みがある。



図 3-2.7.3.2-49 ルーフ成形品（左：条件調整前、右：条件調整後）

ISMA との議論を進めることで、外板部材の要求形状として、自動車ルーフにおいてその端部は同一素材により構成されている必要があることが分かった。理由は外的要因であり雨水、雰囲気中の湿気などからルーフ内部に水分が侵入し、特に冬期ではこれら水分が凍結し、コア材の破損やスキン層の剥がれの要因となるためである。

そのため、これまでは CFRTP/CFRP 構成の自動車ルーフにおいて、端部においても [CFRP/CFRTP/CFRP] の三層構造となっていたものを、端部は CFRP のみ、天井部分を [CFRP/CFRTP/CFRP] の構成とすることとした。しかし、既存金型ではキャビティ厚みが等厚みで設計してあるため、成形品として薄くなってしまい、スキン層の端部のみ成形することが困難である。そのため、金型にシムプレートを設置して、端部である外周部をコア材の厚み分のみ薄くすることとした。

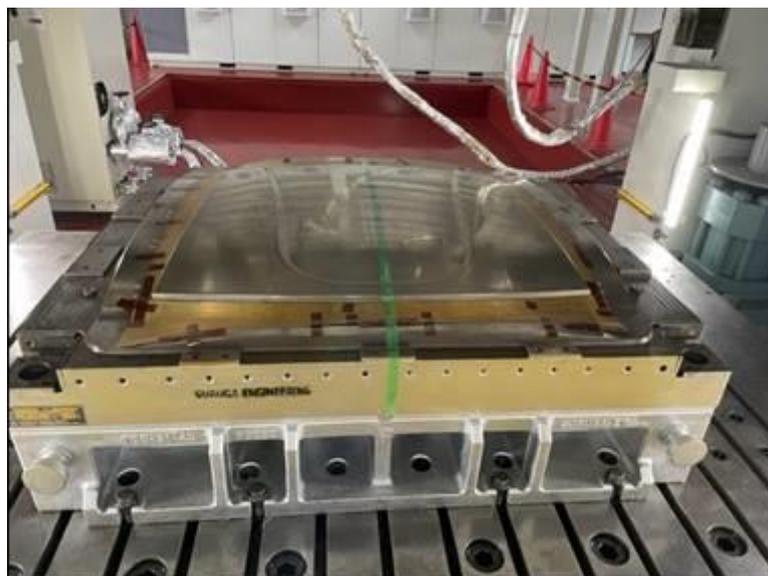


図 3-2.7.3.2-50 金型にシムプレートを設置した様子

図 3-2.7.3.2-50 の金型構成である周囲シム設置とし、材料構成、成形条件はこれまでの検討で得られた条件である、金型温度、加圧力、金型保持時間を設定の範囲内で

調整しながら成形を実施し、自動車ルーフ形状サンプルを採取した（図 3-2.7.3.2-51）。



図 3-2.7.3.2-51 端部を CFRP にて拘束した成形品

ただし、端部においては金型シムにより厚み補正されているものの、軽微な厚みムラがあると考えられた、これにより端部において局所的にカスレの表面性の不良が見られた（図 3-2.7.3.2-52）。本現象については、「[テーマ番号 5 4] 低圧・超高速 CFRP 成形技術の開発（FS 研究）」にて得た樹脂供給体の使用により熱硬化性樹脂のマテバラを調整できるため解消できる目途があるが、ルーフ形状サイズと樹脂供給体の現時点での製造可能サイズに乖離があることから検討を断念した。樹脂供給体の製造サイズの拡大検討については、大型設備の導入が必要であることから、本事業期間の範囲を大幅に超過することが考えられるため、今後の課題となるが、塗装時のサーフェイサー処理により隠蔽する手法が応急処置として適用可能と考えられる。



図 3-2.7.3.2-52 CFRP 端部に見られたカスレ

これら材料技術と成形技術の組み合わせにより、5分成形の目処を得た。

④-2 簡易塗装検討

成形検討結果による良品を用いて、実装化に念頭をおいた塗装性のテストを実施した。塗装においては、CFRPの平滑性、ピンホールなどの表面調整対策をしたウレタン系塗料を用いた。

図 3-2.7.3.2-53 に示すように、初期検討において塗料由来の表面光沢を得ることができた。さらには、CFRP 特有の微細な表面凹凸を隠蔽可能であることを確認した。軽量性を損なわない程度の塗膜厚みの調整や塗料組成の種類による塗装性のさらなる向上が検討課題として考えられた。

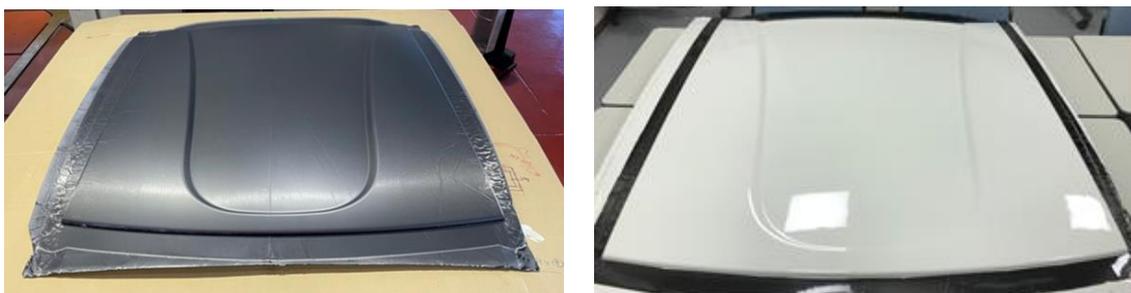


図 3-2.7.3.2-53 塗装検討前後の成形品（左：塗装前、右：塗装後）

④-3 実大ルーフの遮熱性試験

バッテリーを電源とする EV 自動車はエアコンを使用することで、著しく航続距離が低下するという課題がある。このため、車内温度を一定の範囲でコントロールするヒートマネジメント技術が注目されている。そこで、スチールルーフとカーボンルーフの遮熱性について、日本自動車研究所（JARI）の日射装置を用いて評価した。

スチールルーフとカーボンルーフを 2 台並列に設置し、図 3-2.7.3.2-54 に示す様に日射装置（高さ 3600mm）から 2100mm の距離になる様に設置した。熱電対は、各ルーフに日射面側 9 箇所、裏側 9 箇所、ルーフ中央部裏面から 15cm の距離の空間に 9 箇所と合計 54 箇所に設置した。次に、スチールルーフ中央の日射面側が 80℃となる日射量の検討を実施した。初めに国内での平均的な日射量である 600W/m² に設定して 20 分放置したが、スチールルーフの温度は 45℃程度であった。そこで、日射距離を 1000mm に縮め、800W/m² とすることでスチールルーフ表面温度が 81℃に到達することができた。ここで、800W/m² とは真夏の沖縄の日射量に相当する。

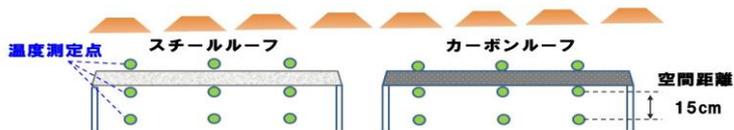


図 3-2.7.3.2-54 スチールルーフとカーボンルーフの遮熱試験セッティング

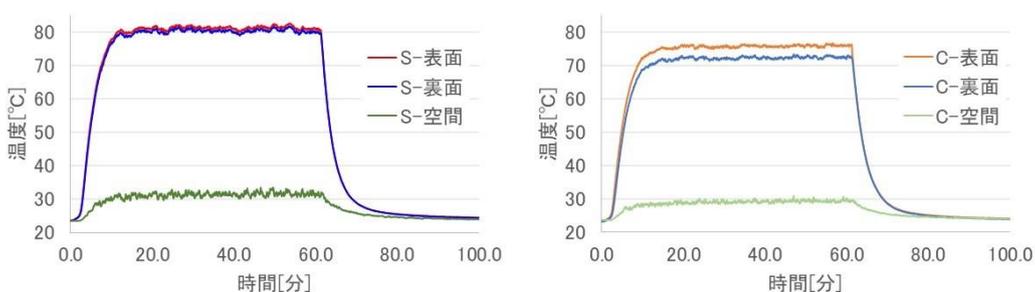


図 3-2.7.3.2-55 スチールルーフとカーボンルーフの遮熱試験結果
(左：スチールルーフ、右：カーボンルーフ)

図 3-2.7.3.2-55 に示すように、スチールルーフの中央表面が 11 分で 80°C に到達した際に、スチール中央裏面は 79.1°C と表面とほぼ同等で、ルーフの陰になる中央空間は 30.8°C であった。これに対して、カーボンルーフは同じ条件でもルーフ中央表面は 73.1°C、中央裏面 70.1°C、空間温度 27.8°C とスチール対比で遮熱性に優れることが分かった。

カーボンルーフは、車内空間温度に影響の大きい、ルーフ裏面の温度がスチール対比で 9°C 低く、車内空間を模擬した中央空間温度が 3°C 低いいため、夏場の空調温度を抑えられ、EV 車の延長航続距離延長に寄与する可能性を示した。

④-4 剛性試験

成形した実寸サイズの自動車ルーフ成形品の特性評価として外装品において重要視される面外押込による剛性試験を実施した。

〈評価条件〉

評価条件を表 3-2.7.3.2-12 に記す。

表 3-2.7.3.2-12 面外押込試験条件

		荷重 (N)			
		68	98	147	167
環境 温度 (°C)	-40	○	○	○	○
	25	○	○	○	○
	80	○	○	○	○

評価サンプルは、既存スチール製ルーフと⑦-1項にて作製した CFRTP/CFRP ルーフの2種を用いた。なおスチール製ルーフの厚みは代表値として 0.6mm であった。

〈評価設備〉

面外押込試験は一般財団法人日本自動車研究所にて実施した。評価に用いた設備を下記する。

- ・恒温槽：温度複合環境試験室（図 3-2.7.3.2-56 左）
- ・押込治具：日本自動車研究所作製、圧子径 30mm（自製、図 3-2.7.3.2-56 右）



図 3-2.7.3.2-56 評価設備（左：環境試験室、右：押込治具）

〈評価方法〉

評価は、図 3-2.7.3.2-56 左に示す環境試験室を所定温度に保温した状態で、ルーフサンプルを投入後、45 分間放置してサンプル温度を環境温度になじませた後、図 3-2.7.3.2-56 右に示す押込治具に所定の荷重となるように錘を設置し、荷重負荷時の押込治具の変位を測定することで、剛性の評価値とした。なお、評価において荷重負荷を解放後も形状が復元しない反り返った状態をバックリングと表現した。

ルーフサンプルにおいて押込を実施した箇所を図 3-2.7.3.2-57 に示す。荷重負荷の位置はルーフサンプルの縦横の重心（中央）位置 1 点と、その右方向に 120mm 離れた位置とした。120mm 離れた位置は剛性解析により荷重が最も負荷されるとされた位置に相当する。

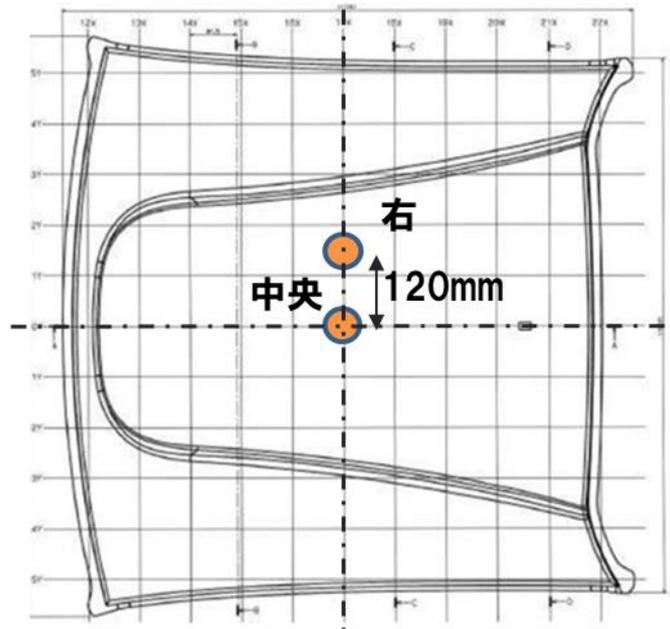


図 3-2.7.3.2-57 荷重負荷の位置

〈評価結果〉

評価結果をまとめて図 3-2.7.3.2-58 に示す。評価結果は書く温度条件にてスチール製ルーフと CFRTP/CFRP ルーフに分けて示した。いずれも荷重上昇に伴いリニアに押込量が増加した。

図 3-2.7.3.2-59 にまとめを示す。図からも分かるように既存スチールルーフと比較し、全ての温度条件においてスチール製ルーフを上回る剛性を示した。特筆すべきは高荷重領域（147N、167N）において、スチール製ルーフで見られたバックリングが CFRTP/CFRP ルーフでは発生しなかったことであった（図 3-2.7.3.2-60）。これにより、現状軽量化率を 50%として設計しているが、さらなる軽量化（薄肉化）が可能であることを示唆している。

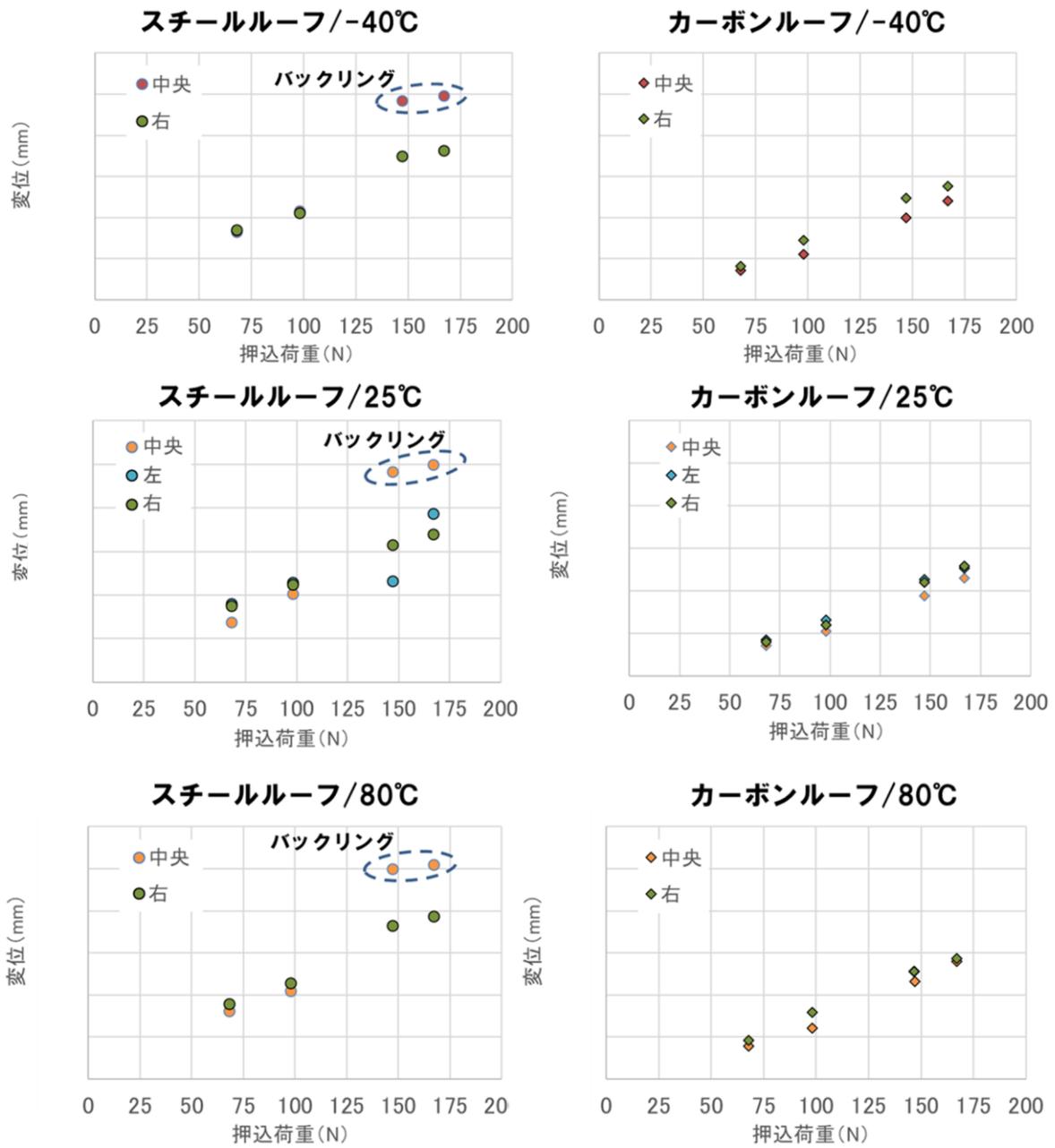


図 3-2.7.3.2-58 スチールルーフ、CFRTP/CFRP ルーフの評価結果

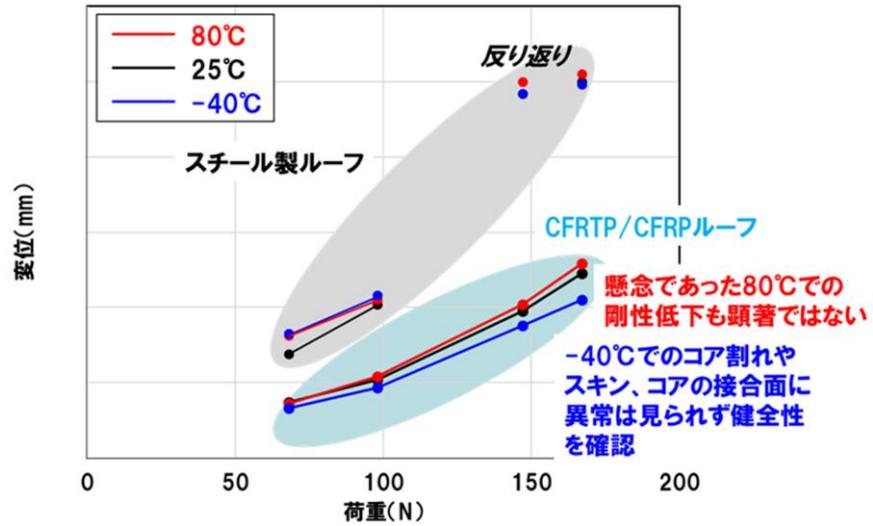


図 3-2.7.3.2-59 評価結果まとめ

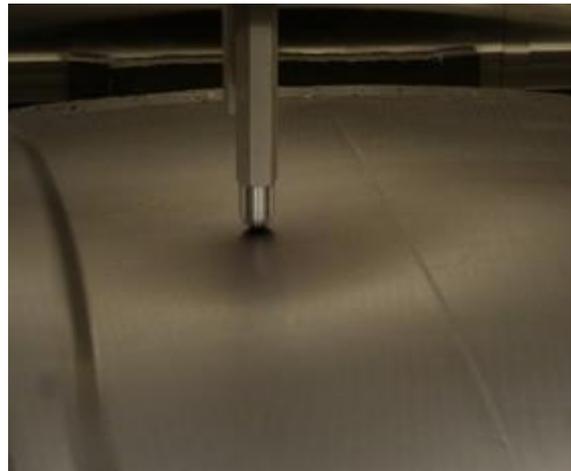


図 3-2.7.3.2-60 バックリングの様子 (左：スチール、右：CFRTP/CFRP*)
(*CFRTP/CFRP ルーフはバックリングせず)

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.7.3-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2018FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2019FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2020FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
2021FY	0	0	0	0	0	0	0	0	1
2022FY	0	0	1	0	1	0	2	1	1
合計	0	0	1	0	1	0	2	1	3

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.7.3-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2018FY	0	0	0
2019FY	0	0	0
2020FY	0	0	0
2021FY	0	0	0
2022FY	0	0	0
合計	0	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.7.3.3 参考文献

特になし

2.7.4 [テーマ番号 28] 熱可塑性 CFRP の開発及び構造設計・加工基盤技術の開発 (2014 年度～2017 年度)

2.7.4.1 テーマの概要

(1)背景と目的

エネルギー消費量削減、CO₂ 排出量削減は国際的な重要課題であり、産業・運輸・民生の各部門でさまざまな対応が図られており、運輸部門では、世界的に自動車に対する厳しい燃費規制が設定されている。このような世界情勢の中、我が国においても、運輸部門のエネルギー消費量の 9 割を占める自動車をはじめ、鉄道車両等の大量生産される輸送機器の軽量化による省エネに取り組むことが必要である。

炭素繊維と樹脂の複合材料である炭素繊維強化樹脂（Carbon Fiber Reinforced Plastics、以下「CFRP」という。）は、航空機の構造材等に使用され、機体の軽量化によって省エネに貢献している素材であるが、現在、航空機の構造材等として使用されている CFRP は、主に熱硬化性 CFRP であり、樹脂の特性上加工に時間がかかり、生産コストも高いため、大量生産型製品への適用は困難な状況である。さらに、将来的に様々な素材を適材適所に使用していくためには CFRP と金属材料の接合が必要であるが、熱膨張率の差に起因する変形や電食等の課題がある。

これらの課題を解決するため、本事業では「熱可塑性 CFRP と金属材料との接合技術開発」及び「熱可塑性 CFRP の開発及び構造設計・加工技術の開発」により、大量生産される自動車の構造材等に熱可塑性 CFRP を使用することで軽量化による燃費向上を実現するとともに、我が国が競争力を有する素材である炭素繊維及び CFRP の新規需要の創出を目指す。また、材料、加工、装置、ユーザーの各メーカー、大学等が垂直連携体制を構築し、実用化までを視野に入れた一貫通貫の開発を行う研究体制とすることにより、素材のみならず、最終製品、部品、加工装置等の関連産業を含めた国内産業の競争力の維持・強化を図る。

(2)目標値

表 3-2.7.4-1 研究開発目標

研究開発項目 (実施年度)	第 1 中間目標 (2015 年度末)	第 2 中間目標 (2017 年度末)	第 3 中間目標 (2020 年度末)	最終目標 (2022 年度末)
①熱可塑性 CFRP と金属材料との接合技術開発 (2014～2017年度)	熱可塑性 CFRP と異種材料（鉄鋼、アルミ合金）との接合に必要な要素技術の見極め 各種接合方式、接合形状における強度設計に必要なデータベースの構築	現行のスチール製量産車と同等の接合部強度の実現 接合部強度予測結果と、その実験結果の平均値との誤差を供試体レベルで±10%以下とする接合技術の確立		

	構造の接合部強度予測結果と、その実験結果の平均値との誤差を±10%以下とする接合技術の指針の策定と供試体による検証	現行のスチール製量産車と同等のライン速度 1 台/分を実現する指針の策定と供試体による検証		
②(a)熱可塑性 CFRP の中間基材の開発 (2014～2017 年度)	当該年度の②(b)(c)(d)の目標を実現するための、中間基材の製造に係る要素技術の確立 曲げ剛性でスチール対比 60%軽量化	当該年度の②(b)(c)(d)の目標を実現するための、中間基材の製造に係る要素技術の確立 重要特性の変動係数 5%以内		
②(b)熱可塑性 CFRP の性能評価技術の開発 (2014～2017 年度)	静的挙動に関わる開発材料固有の材料特性（面内せん断強度、面外せん断強度）の測定誤差（変動係数）が 10%以下となる試験法の確立 特性評価値の CAE 設計パラメータへの適用性の検証	開発材料の特性発現メカニズムの解明と適正な試験条件の探究 動的挙動に関わる開発材料固有の材料特性（ひずみ速度依存係数、温度依存係数）の測定誤差（変動係数）が10%以下となる試験法の確立		
②(c)熱可塑性 CFRP を用いた構造設計技術の開発 (2014～2017 年度)	開発部材における予測精度を剛性で±5%、強度で±10%とする CAE 解析技術の確立	スチール車と同等のボディ剛性と衝撃吸収能力を保持したまま、ボディを60%軽量化する構造の提案 開発材料の供給量や長期耐久性等のリスクも考慮したマルチマテリアルボディで30%以上の軽量化を実現する構造の提案		
②(d)熱可塑性 CFRP の成形加工技術の開発 (2014～2017年度)	開発した中間基材の加熱・加圧・二次加工方法などを検討し、現行数 10MPa のハイサイクル成形圧力を 10MPa 以下とするための周辺要素技術基盤の構築	②(c)で提案される構造を実現するための部材を対象とし、成形シミュレーション技術を基にした、精度±10%以内の繊維配向や形状安定性の予測手法の確立、並びに型占有時間1分以内での成形加工技術の開発		

(3)全体計画

本事業では事業化を見据えて「熱可塑性CFRPと金属材料との接合技術開発」及び「熱可塑性CFRPの開発及び構造設計・加工技術の開発」について以下の各研究開発内容を実施した。

① 熱可塑性 CFRP と金属材料との接合技術開発

熱可塑性 CFRP は図 3-2.7.4-1 に示されるように構造材料の中で最も軽量化効果が高く、特にその異方性を活用することでさらなる軽量化が期待できる。また、図 3-2.7.4-2 に示されるようにライフサイクルアセスメント的に見ても環境負荷を小さくできる可能性を持つ優れた材料であるが、耐熱性や長期耐久性の観点から、実際の車体構造を設計・製造する際には、車体構造材料として現在の主流である鉄鋼や軽量構造材料として一部実績のあるアルミ合金などの金属材料との接合が必要となる。しかし、熱可塑性 CFRP と金属材料との接合においては、電食や熱膨張率の差に起因する問題などにより、実構造に適用できる可能性までは見極められていない。本研究開発項目では、異材接合技術として有力視されている機械的接合と接着接合を、熱可塑性 CFRP の特性や自動車組立プロセスへの適合性を考慮して開発した。また、接合部の耐久性等の評価解析技術を確立した。

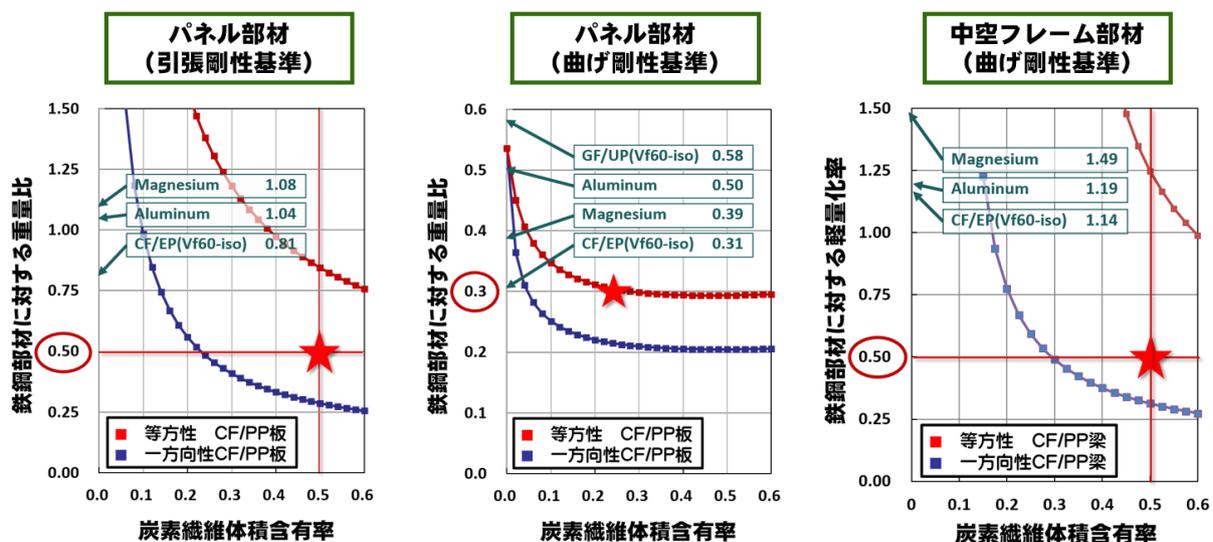


図 3-2.7.4-1 熱可塑性 CFRP の軽量性

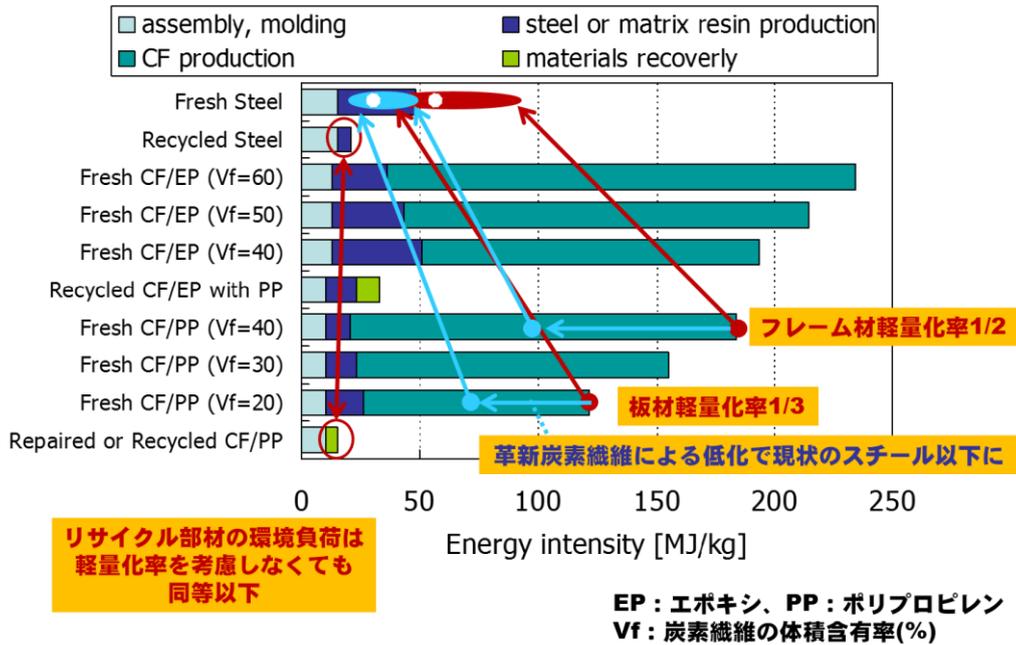


図 3-2.7.4-2 鉄鋼部材、熱硬化性 CFRP 部材、熱可塑性 CFRP 部材の製造エネルギー比較

(a) 機械的接合技術

熱可塑性 CFRP の適用箇所拡大や適材適所への材料配置のため、金属材料と併用する部分において高い接合強度と長期耐久性を持つ接合方法の開発を行う。具体的には、熱可塑性 CFRP の延性的な性質を利用し、図 3-2.7.4-3 に示されるようなボルト・ネジ、リベット、セルフピアスリベットなどの機械的接合技術、機械的接合技術を補助するインサート・アウトサート成形技術及び熱による二次加工が容易である熱可塑性 CFRP の特性を生かしたヘミングやクリンチング等のかんごう技術を開発した。さらに、接合部の強度信頼性を確保するため、電食対策技術及び衝撃や疲労に対する耐久性等の評価解析技術を開発した。

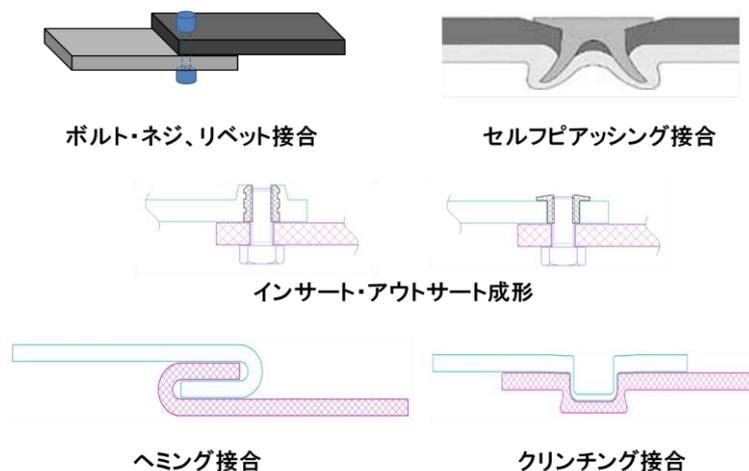


図 3-2.7.4-3 検討する機械的接合技術

(b)接着技術

一般的に難接着性であり、接着剤の硬化に必要な高温での加熱硬化処理が難しい熱可塑性樹脂において、短時間で接合するため、熱膨張差を吸収し、高強度・高耐久性を実現する低温速硬化性の接着剤の開発及び熱可塑性 CFRP と金属材料の表面処理を含む接着技術を開発した。また、接合部に生じる接着剤の熱歪み・熱応力（図 3-2.7.4-4）や耐久性の評価法、並びに寿命予測法や非破壊検査法を含む評価解析技術を開発した。

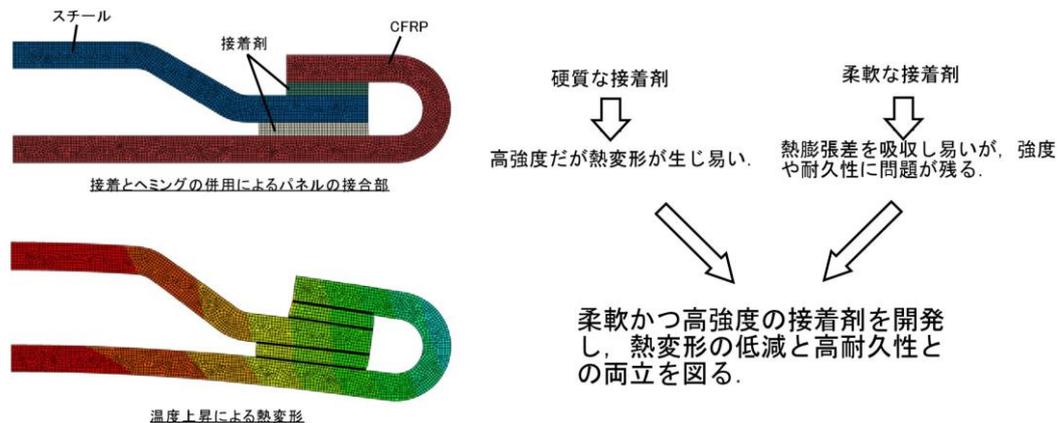
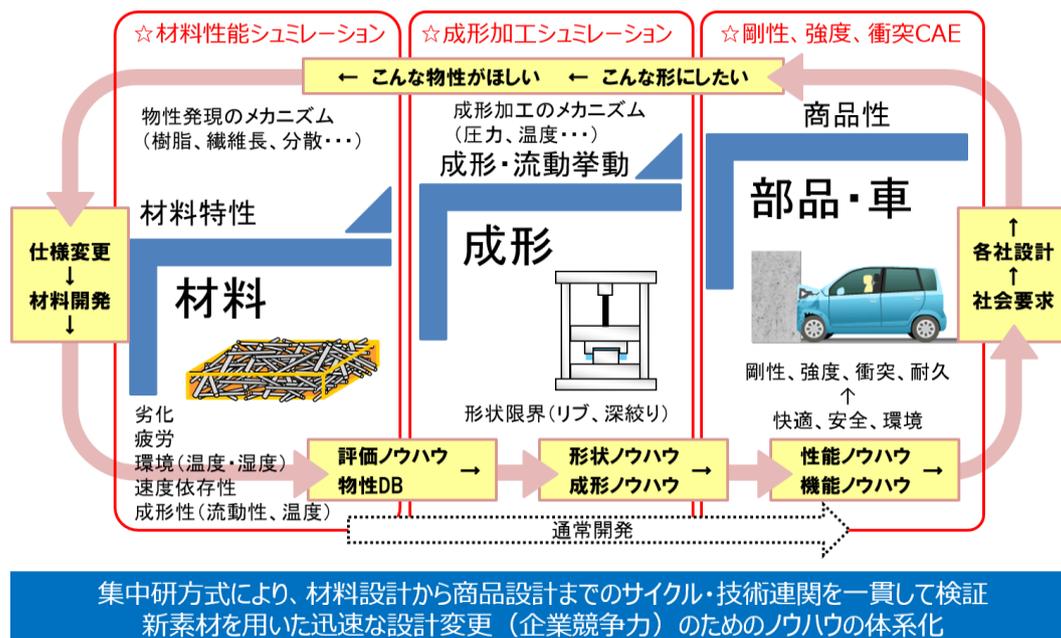


図 3-2.7.4-4 接着接合部に生じる熱歪み・熱応力と接着剤の特性による緩和

② 熱可塑性 CFRP の開発及び構造設計・加工技術の開発

鉄鋼製車体での構造・材料配置から熱可塑性 CFRP に適した構造・材料配置とし、かつ、高速・低コスト成形加工が可能となる作り易さも追求しながら、熱可塑性 CFRP の異方性も十分に活用するための関連技術を包括的に開発した。さらに実施に当たっては、専門設備と専門人材を集結した集中研方式により、図 3-2.7.4-5 に示すとおりテーマ間のフィードフォワード・フィードバック連携を図る。



集中研方式により、材料設計から商品設計までのサイクル・技術連関を一貫して検証
新素材を用いた迅速な設計変更（企業競争力）のためのノウハウの体系化

図 3-2.7.4-5 集中研方式による技術連関の体系化

(a)熱可塑性 CFRP の中間基材の開発

車体構造は様々な性能を持つ部品の集合体であり、材料への要求特性は部品により異なるため、ニーズに合わせて多種多様な材料を設計する技術が求められる。しかし、車体の軽量化は、材料設計と構造設計の綿密な連携によってはじめて最適化されるため、本研究開発項目では、構造設計と成形加工の両者からのニーズを迅速かつ最適に実現するための材料基盤技術を構築した。具体的には、**図 3-2.7.4-6** に示すとおり既存の最新中間基材に加え、半連続繊維や異方性の活用、それらのハイブリッド化等を進め、加工性・強度・剛性・耐衝撃性・耐熱性・意匠性・振動吸収性などの設計上の要求を満たす新規の中間基材を構造設計からのフィードバックを反映させながら開発した。

また、集中研方式を活かし、材料特性・成形データベースを基に、素材物性・基材形態・成形加工条件・部材性能について理論的解釈を深め、材料・加工・構造設計の相互のフィードバックが迅速かつ適切に行える材料の共通基盤技術として体系化した。

さらに、中間基材のハイブリッド化やリサイクル繊維の活用、一般産業用途のニーズに幅広く応えられる中間基材設計法を構築した。

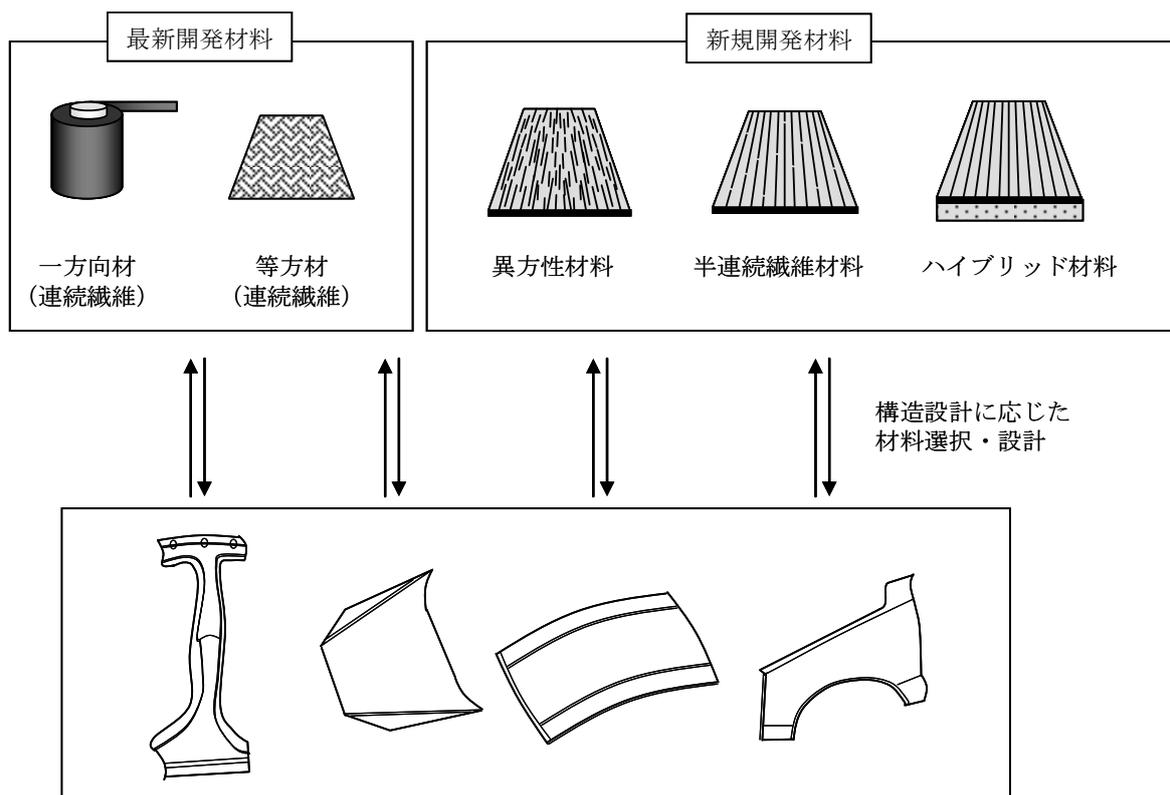


図 3-2.7.4-6 熱可塑性 CFRP 中間基材の開発概要

(b)熱可塑性 CFRP の性能評価技術の開発

熱可塑性不連続 CFRP の材料性能評価技術は、圧縮特性、衝撃特性、長期耐久性などのメカニズムの解明にまでは至っていないため、本研究開発項目において、まず、**図 3-2.7.4-7** に示すように、熱可塑性 CFRP（連続繊維、不連続繊維、等方性、異方性）を対象として、変形・破壊・劣化挙動の可視化と材料特性発現メカニズムの解明

のための高性能な治具の開発や最適試験条件の探究を行う。

次に、開発する材料・構造設計手法・成形加工方法を実際に量産車開発に使用する際に不可欠となるコンピューター支援エンジニアリング（Computer Aided Engineering、以下「CAE」という。）への入力パラメータを効率的に整備する手段として、金属材料や樹脂材料並みの手間で材料特性を評価する簡易評価手法を開発した。具体的には、異方性を有する中間基材やそのハイブリッド材料群を活用していくため、CAEに入力すべきパラメータが増えることから、より効率的な評価手法のみならずデータの内挿・外挿理論などを開発する必要がある。そこで、確率論・統計学の手法を駆使して、基材形態と評価パラメータごとに合理的な試験条件・試験片寸法・試験本数を決定するロジックを構築し、実証試験によりその有効性を検証する（図 3-2.7.4-8 参照）。

さらに、車体設計に必要となる材料特性（弾性率、強度、靱性、衝撃、クリープ、疲労、接合性、シールド、遮音、耐雷等）の評価手法開発とラウンドロビンテストを通じた材料特性データベース構築を行う。その上で、海外の動向も見極めながら、必要に応じて標準材料や国際標準試験法策定のためのドラフト作成も行う。

また、当該分野は世界的に開発競争の激しい分野であるため、程度の悪い便乗基材が出回ることが想定されることから、そのような基材を用いることでユーザーが不利益を被ることの無いよう、基材段階でのスクリーニング技術も同時に開発した。

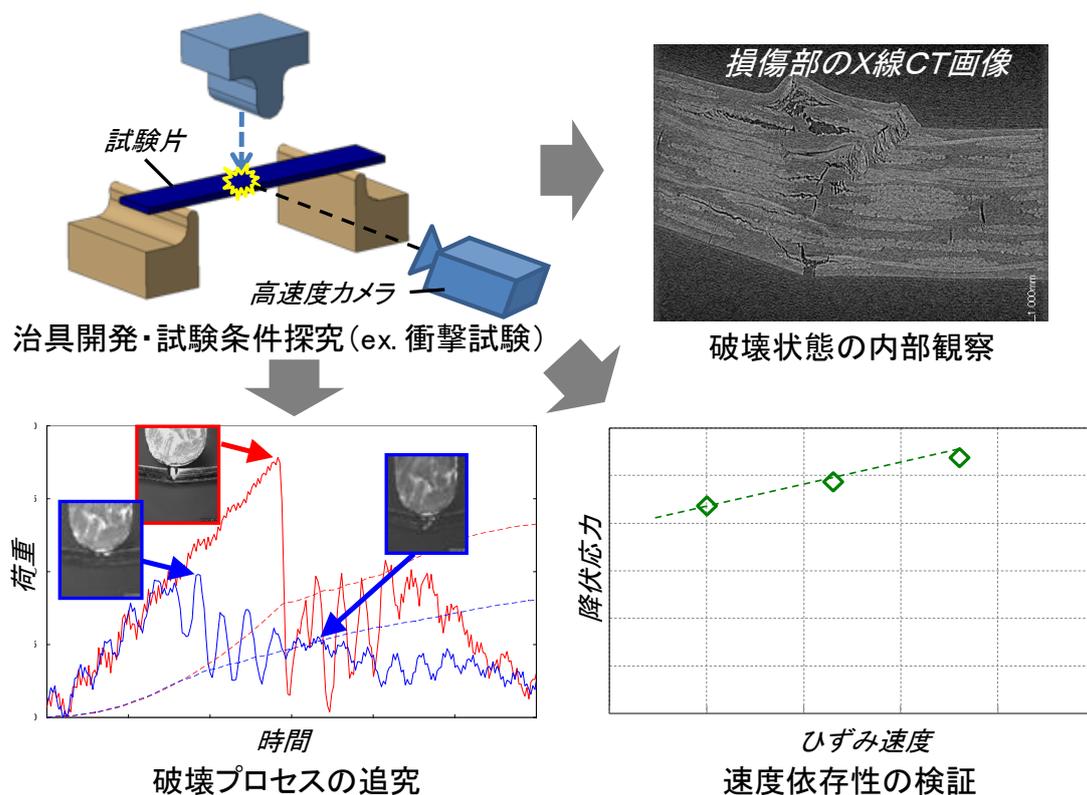


図 3-2.7.4-7 材料特性発現メカニズムの解明

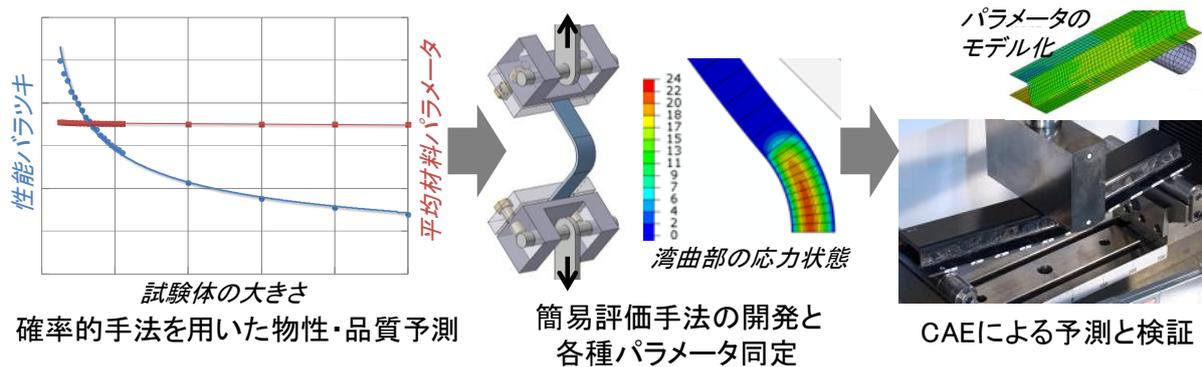


図 3-2.7.4-8 CAE パラメータの整備と予測及び設計技術への適用性検討

(c)熱可塑性 CFRP を用いた構造設計技術の開発

現在の熱可塑性 CFRP の CAE 解析においては、様々な材料特性パラメータ（圧縮特性や速度・温度・時間依存性など）を適用するには至らず、構造解析による予測技術は限定的であり、多種多様な材料群に応じた解析用材料モデルは構築されていないため、本研究開発項目では、まず、速度依存及び環境依存を考慮した材料モデルを構築し、CAE 解析による予測技術の適用範囲を拡大する（図 3-2.7.4-9 参照）。

また、さらなる軽量化や部品点数削減、軽量化率向上とのトレードオフとなる成形加工速度の低下も解決する設計指針の構築を目的として、熱可塑性 CFRP を用いた車体構造全体の最適化を達成できるシミュレーション技術の確立と設計理論の構築を行う。具体的には、車両性能・コスト・乗り心地・乗員安全性・歩行者保護などの要求度に応じて最適な構造デザイン（材料配置、板厚、寸法、形状）を提供するため、最適トポロジー（形状付与）技術等を取り入れた理論的な共通基盤を構築した。

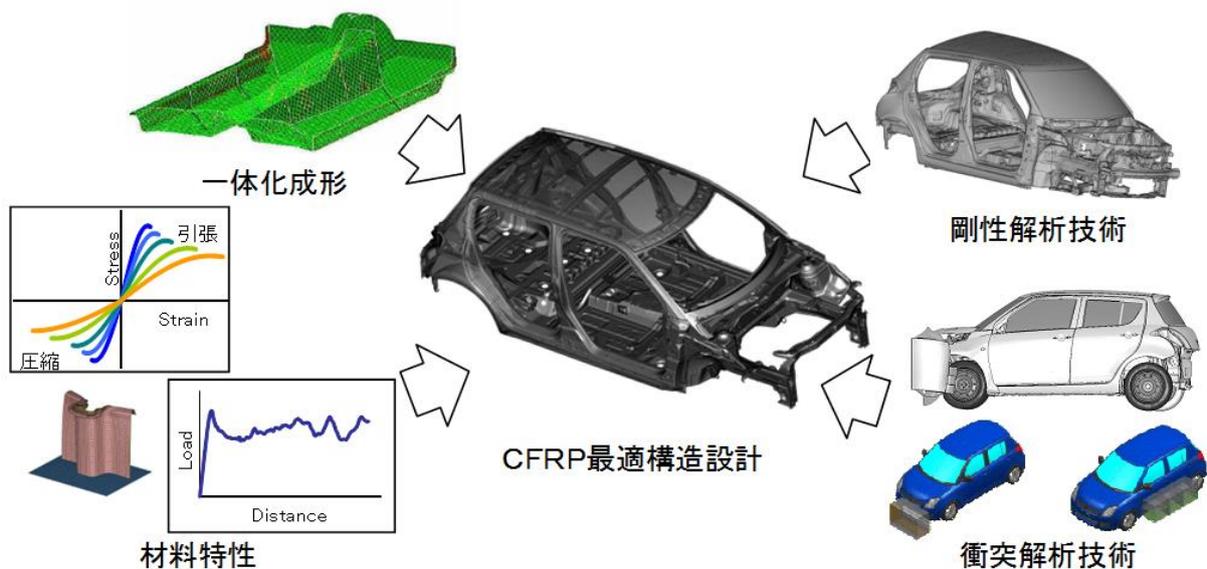


図 3-2.7.4-9 構造設計技術開発

(d)熱可塑性 CFRP の成形加工技術の開発

最適設計された車体が予定通りの性能を発現するためには再現性の良い成形加工技術の確立が必要であり、部材性能、部材形状、複合成形に適した多種多様な新規中間基材、さらに、これらを組み合わせてハイブリッド化した基材に対応した成形加工プロセスの開発・最適化が不可欠となる。しかしながら、本事業で開発する多種多様な中間基材は、それぞれが従来に無い強化メカニズムや熱可塑性樹脂特有の性質を持つため、成形加工方法を体系的に見直す必要がある。そこでシミュレーション技術の援用が不可欠となるが、従来のシミュレーション技術では、これらの成形加工後の繊維配向等を精度良く予測することができない。本研究開発項目では、**図 3-2.7.4-10** に示すように、開発された基材を用いて、構造設計が要求する軽量形状を実現するための成形加工技術を開発するとともに、成形加工・物性予測シミュレーション技術を開発した。具体的には、開発された基材の加熱・加圧・二次加工方法などの成形基盤技術を整えるとともに、複数の材料のハイブリッド成形に関する基盤技術を確立した。

また、複雑な部材の高精度かつ再現性の良い成形のための流動解析シミュレーション手法を開発して、成形条件の見極めだけでなく金型設計に適用できる技術を確立した。

さらに、研究開発項目(a)(b)(c)での検討を踏まえて、素材から構造体までのトータルの成形加工サイクルを最短とするプロセスパターンを体系化すると同時に、今後の設計変更にも迅速に対応できる技術基盤を構築した。

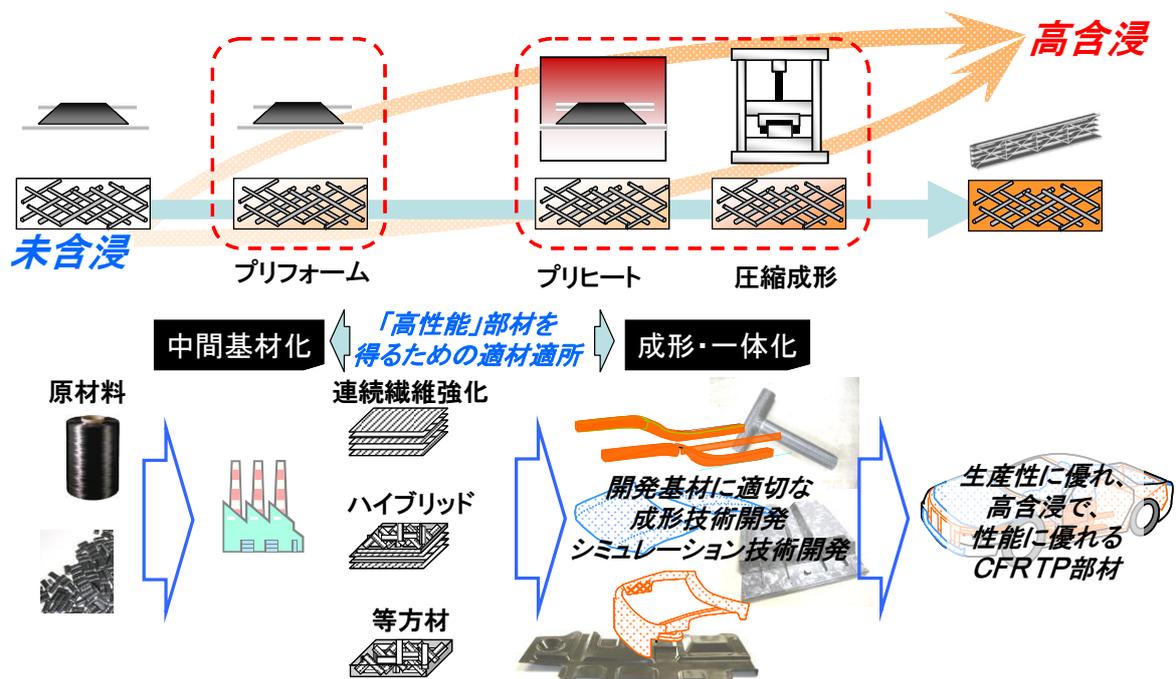


図 3-2.7.4-10 高生産性・高性能部材を得るための熱可塑性 CFRP の成形加工技術開発

(4) 実施体制

東京大学（PL：高橋淳教授）を集中研究拠点として、22 機関が以下のように WG を組織して実施した。

【分担研：13社】		接合	5 基材	評価	設計	成形
東レ株式会社	(伊予分室)	○	幹事	○	○	
三菱ケミカル株式会社	(豊橋分室)	○	幹事	○		○
東洋紡株式会社	(大津分室)		幹事	○	○	
株式会社タカギセイコー	(高岡分室)		○			○
スズキ株式会社	(浜松分室)	○		○	○	○
株式会社本田技術研究所	(芳賀分室)			○		
三菱自動車工業株式会社	(岡崎分室)				○	
日産自動車株式会社	(追浜分室)	○			○	○
株式会社島津製作所	(京都分室)			○		
福井ファイバートック株式会社	(豊橋中原分室)		○			○
株式会社カドコーポレーション	(たつの分室)	○				○
住友重機械工業株式会社	(横須賀分室)					○
株式会社 I H I	(瑞穂分室)					○

【再委託先：9機関】		接合	5 基材	評価	設計	成形
東京大学	(国立大学法人)	○	幹事	幹事	幹事	幹事
金沢工業大学	(学校法人)	○				
東京工業大学	(国立大学法人)	幹事				○
東北大学	(国立大学法人)		○			
山形大学	(国立大学法人)		○			
岐阜大学	(国立大学法人)		○			
福井県			幹事			
国立研究開発法人物質・材料研究機構		○				
一般財団法人ファインセラミックスセンター			○			

(5) 運営管理

東京大学の共同研究契約における各種規定に基づき、22 機関（82 名）が共同研究を行った。

研究開発は接合・評価・設計・成形と 5 つの基材（マット材、連続材、テープ材、薄層テープ材、リサイクル材）の計 9 個の WG で機動的に行い、以下の通り全体会合を年 4 回、WG 別会合を年 7 回（+臨時会合）行った。

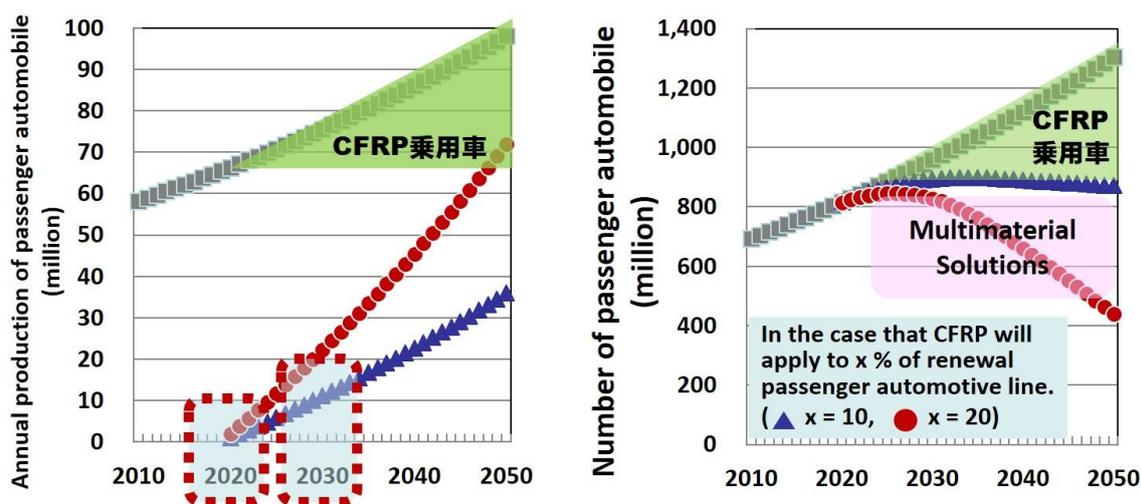
- 4 月 : WG 別会合
- 5 月 : 全体会合（東大集中研のみ）
- 6 月 : WG 別会合
- 7 月 : WG 別会合
- 8 月 : WG 別会合
- 9 月 : WG 別会合
- 10 月 : 全体会合（名大集中研との合同会合）
- 11 月 : WG 別会合
- 12 月 : 全体会合（東大集中研のみ）
- 1 月 : WG 別会合
- 2 月 : 全体会合（名大集中研との合同会合）

(6)実施の効果（費用対効果、費用・売上・CO₂削減・省エネルギー等@2030年度）

本プロジェクトの目標は車体の50%軽量化であり、これにより現行車両の走行時の石油消費量（1000L/年）とCO₂排出量（2.32t-CO₂/年）がそれぞれ37.5%（一台あたり石油375L/年、0.87t-CO₂/年）削減される。なお、図3-2.7.4-2に示されるように、部材製造までの環境負荷は現行車両と同じになるので、LCAで考えても結果は同じである。

そして、図3-2.7.4-11に示されるように、本プロジェクトの開発技術は2030年にCFRP量産乗用車1,000万台に適用されることを目標としているので、2030年に生産される技術適用車による石油削減量は375万kL/年、CO₂削減量は870万t-CO₂/年（2020年から生産されるすべての技術適用車による効果は石油削減量1,875万kL/年、CO₂削減量は4,350万t-CO₂/年）となる。

また、本プロジェクトで開発される技術による車両一台あたりの熱可塑性CFRP部材は240kg（24万円）であることから、これが1,000万台に適用される2030年の市場創出効果は2.4兆円（2020年からの累積では12兆円）となる。



2020年から本格適用
2030年に
CFRP車1000万台生産
CF需要量100万トン



開発目標とスケジュール
CF : コスト、生産量
CFRP : 製造コスト、製造速度、3R
周辺 : CAE、試験法標準化・・・

図 3-2.7.4-11 革新炭素繊維プロジェクトと共有している開発目標

2.7.4.2 研究開発成果

(1)最終目標の達成度

表 3-2.7.4-2 最終目標と達成度

研究開発項目	最終目標 (2017年度)	研究開発成果	達成 度※	未達の場合 原因と解決方針
①熱可塑性 CFRP と金属材料との接合技術開発	<p>現行のスチール製量産車と同等の接合部強度の実現</p> <p>接合部強度予測結果と、その実験結果の平均値との誤差を供試体レベルで±10%以下とする接合技術の確立</p> <p>現行のスチール製量産車と同等のライン速度1台/分を実現する指針の策定と供試体による検証</p>	<p>各種機械締結法・接着での接合方式、接合形状における表面処理・耐久性を含めた強度データベースの構築を行った</p> <p>上記の実験結果と有限要素法 (FEM) 解析から、供試体レベルで予測結果と実験結果の誤差が±10%以内の精度となる接合部強度予測接合技術の確立を見出した</p> <p>実装／高信頼性な高速プロセスに焦点を絞り、検討した</p>	△	<p>実験データを充実させて、成果の汎用化を図っていくこと</p> <p>湿度環境下での試験、動的粘弾性特性等の温度・周波数(時間)の関係を検討すること</p> <p>供試体レベルで接合部の幾何学形状をより正確に加味すること</p> <p>最適条件の検討を行うこと</p>
②(a)熱可塑性 CFRP の中間基材の開発	<p>当該年度の②(b)(c)(d)の目標を実現するための、中間基材の製造に係る要素技術の確立</p> <p>重要特性の変動係数5%以内</p>	<p>①および②(b)(c)(d)からの要請に基づく中間基材を提供し、各々目標達成した</p> <p>重要特性の変動係数5%以内を達成した</p> <p>特に CMT では長期耐久性(疲労)シミュレーション技術構築するとともに、クラッシュカンを成形し、GMT 比エネルギー吸収量60%向上を達成した</p>	○	
②(b)熱可塑性 CFRP の性能評価技術の開発	<p>開発材料の特性発現メカニズムの解明と適正な試験条件の探究</p> <p>動的挙動に関わる開発材料固有の材料特性(ひずみ速度依存係数、温度依存係数)の測定誤差(変動係数)が10%以下となる試験法の確立</p>	<p>開発材料の曲げ損傷メカニズムや温度・速度・時間依存といった動的特性を実験的に解明した</p> <p>また、それを CAE 用の材料モデルとして定式化し、数値シミュレーションでの再現性を確認した</p> <p>開発した試験法によって動的特性(強度・弾性率の温度速度依存関係)の理論値に遜色ない実験結果を得た</p>	○	
②(c)熱可塑性 CFRP を用いた構造設計技術の開発	<p>スチール車と同等のボディ剛性と衝撃吸収能力を保持したまま、ボディを60%軽量化する構造の提案</p> <p>開発材料の供給量や長期耐久性等のリスクも考慮したマルチ</p>	<p>②(a)、並びに、②(b)の検討を元に、汎用 CAE ソフトウェアを用いながら、これまで実現されなかった構造 CAE 解析技術を開発し、60%軽量化を実現するための設計技術を確認した</p> <p>中空部材およびパネル部材の使用割合を最適にするこ</p>	○	

	マテリアルボディで30%以上の軽量化を実現する構造の提案	とで、剛性と衝撃吸収能力を保持したまま、60%軽量化可能な構造を提案した また、現時点で想定される長期耐久性リスクを考慮した、30%軽量化達成可能な構造を提案した		
②(d)熱可塑性CFRPの成形加工技術の開発	②(c)で提案される構造を実現するための部材を対象とし、成形シミュレーション技術を基にした、精度±10%以内の繊維配向や形状安定性の予測手法の確立、並びに型占有時間1分以内での成形加工技術の開発	開発した中間基材で800トンプレス機及びロボット周辺機器を使用し、10MPa以下成形技術開発に取り組んでいる	○	

※◎大きく上回って達成、○達成、×未達

(2)研究開発の成果と意義

①熱可塑性CFRPと金属材料との接合技術開発

熱可塑性CFRP同士の融着技術の検討は前プロジェクトで完了しているため、本テーマでは、熱可塑性CFRP同士、さらには熱可塑性CFRPと金属の接着剤での接合を検討している。図3-2.7.4-12に示されるように、これまでに、様々な表面処理方法の比較検討を完了し、接着剤の絞り込みと、モデル部材での有効性の検証ができている。

一方で、特に、接着に広い面積が使えないような所や、高い強度・耐久性が求められる箇所での強固な接合を想定した機械的接合の検討も行った。図3-2.7.4-13に示されるように、こちらも様々な機械接合法の比較検討が完了し、有望とみられるグリップメタルや熱可塑性フィルム接着剤との併用についての検討を行った。

【現在までの主要な結果】

- ◆ PP複合材に対して、各種表面処理および接着剤のスクリーニングを実施した
 - ◆ ラップシヤで12MPa程度の強度が得られている
 - ◆ ハットビーム試験でも接合部は破断しなかった
- 接着でも実用上十分な強度が得られる**

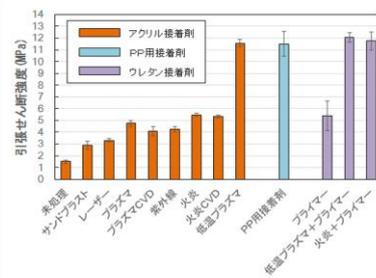
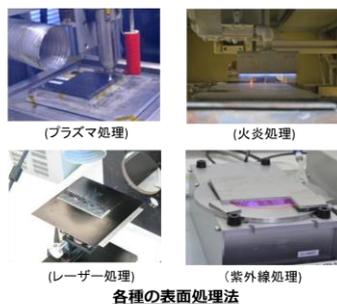


図 3-2.7.4-12 接合技術 (接着接合)

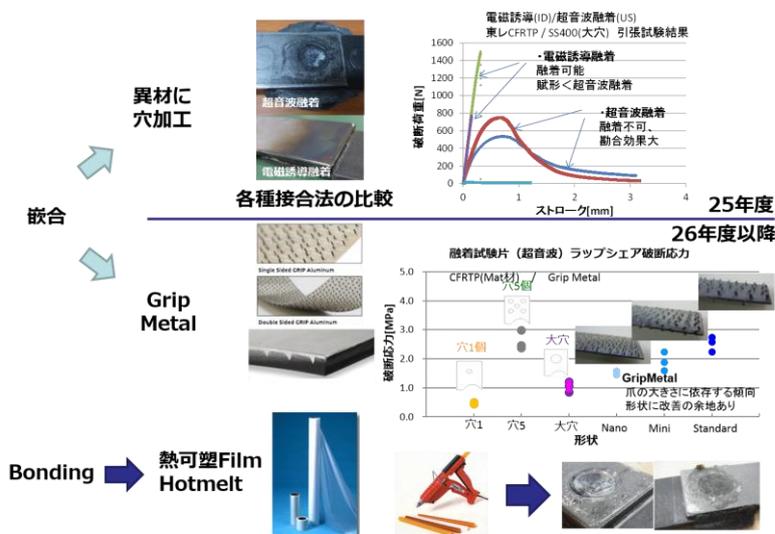


図 3-2.7.4-13 接合技術（機械的接合）

②(a)熱可塑性 CFRP の中間基材の開発

このテーマでは、各素材の最高性能や特性発現メカニズムの検討はほぼ完了し、他のテーマからの要望、例えば評価しやすい材料、成形しやすい材料、等への対応、さらには異材とのハイブリッド化による問題解決などを進めた。

マット材（CMT: Carbon fiber Mat reinforced Thermoplastics）

CMT は、繊維長が制御された炭素繊維を、単繊維レベルで等方・均質に分散させたマットに、熱可塑性樹脂を含浸させた中間基材である。連続繊維強化に匹敵する強度利用率を特徴とし、この性質は強度理論でも証明されている。本研究期間では、① CMT のエネルギー吸収能力の実証、②長期耐久性シミュレーション、③マルチマテリアルへの展開に向けた予備検討を進めた。

熱可塑性樹脂をマトリックスとしている CMT は、優れたエネルギー吸収能力が期待できる。自動車の軽衝突時の乗員保護を目的としたクラッシュボックスを想定し、デモンストレーターを成形して衝撃圧縮（軸圧縮）時のエネルギー吸収を評価した。まず、CMT をスタンピング成形してハット形状のパーツを成形し、これを 2 枚貼り合わせて中空形状のクラッシュボックスを成形した。接合部はフランジ破壊が支配的となることを回避するため、熱板溶着とファスニングを併用した。得られた成形品の衝撃圧縮試験では、狙いどおりの逐次圧壊が見られ、重量あたりのエネルギー吸収量は、同じ形状で同様に逐次圧壊した GMT と比較し、60%向上した。



図 3-2.7.4-14 CMT 製クラッシュボックス

重量あたりの
エネルギー吸収量

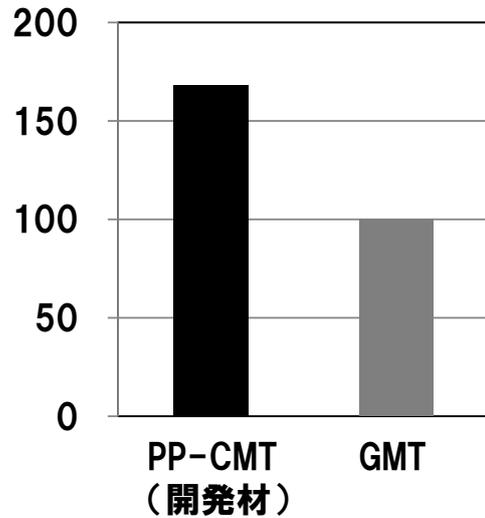


図 3-2.7.4-15 重量あたりのエネルギー吸収
(GMT を 100 とした場合の相対値)

CMT の強度発現機構および破壊メカニズムは再委託先（東北大学）で研究を進めており、静的機械強度理論は構築済みである。本研究期間では、長期耐久性（疲労）予測を進めた。破壊メカニズムを追跡できる FEM に加え、計算コストに優れるマイクロメカニクスのアプローチでも、実験結果をよく再現できる手法を構築した。一般に不連続繊維強化材料は、繊維、樹脂および界面破壊が混合して破壊様相が複雑になり、解析が難しいとされる。材料研究（等方・均質性確保）と強度理論研究を両輪とする手法で、高い精度と信頼性をもった解析手法の確立に成功した。

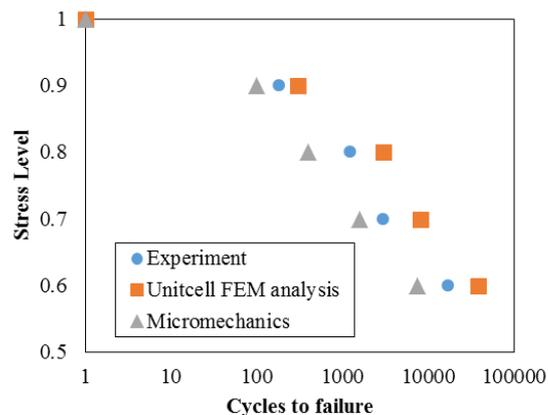


図 3-2.7.4-16 CMT の引張疲労試験

また、マルチ材料への展開を考慮し、アルミと CMT の一体成形を検討した。アルミと CFRP は成形法が全く異なり、これらの複合化は、個別成形後の接着が主流

である。これに対し、熱可塑性樹脂の伸張とアルミの変形を同期させ、凹凸形状を持つアルミ／CFRTP を一体成形する試みを、再委託先（山形大学）で検討した。

基礎検討段階ではあるが、材料および加工条件を適切に選択することで、凹凸形状を有するアルミ／CFRTP サンドイッチや、厚肉の成形品を得ることに成功した。材料間は成形の過程で強固に接合しており、成形と接合を同時に行える手法として注目している。



図 3-2.7.4-17 アルミ／CFRTP 一体成形品

材料の応用展開として、CMT をスキン層とし、新規な CFRTP フォーム材をコアに用いた、曲げ剛性に優れたサンドイッチ構造体の成形技術を構築した。コアとスキンをプレスで一体成形し、凹凸面を持ったサンドイッチ構造体を得ることに成功した。



図 3-2.7.4-18 CMT を用いたサンドイッチ成形体

連続・半連続中間基材

図 3-2.7.4-19 は航空機や F1 カーで使われている連続状態での炭素繊維シートに切り込みを入れてランダム化し、乗用車の複雑形状に対応させようという基材である。この基材でも基本検討は完了し、CAE 成立性や流動シミュレーションによるさらなる成形性の向上を目指した検討を進めた。

テーマ	H26-28の進捗
中間基材	<ul style="list-style-type: none"> 連続基材: 評価WG、成形WGと連携して物性発現メカニズムの理解と深化。 半連続基材: スリット材の基本設計終了。力学物性と成形加工性に優れた材料を開発。 半連続基材の高性能化: コストパフォーマンスで既存の半連続基材を凌駕。
構造設計 CAE	<ul style="list-style-type: none"> ハイブリッドモデル: 自由度の異なる要素を組み合わせ、CFとマトリックスを表現。計算速度と精度を両立。 軸圧縮など衝撃破壊試験を精度よく再現。 衝撃解析精度向上、疲労予測に着手。
成形加工 CFD	<ul style="list-style-type: none"> 繊維方向と繊維と垂直方向の流動異方性を考慮したCFD(粒子法)技術を開発。配向とリブ流入の違いを予測。 粘度比の異なる層の積層体の計算に向けて、積層界面の安定性や計算時間の短縮を実施中。

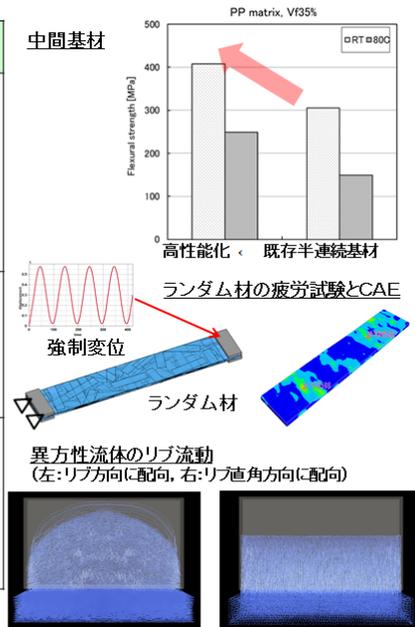


図 3-2.7.4-19 中間基材 (連続・半連続系)

テープ材 (CTT: Carbon fiber Tape reinforced Thermoplastics)

「サステナブルハイパーコンポジット技術の開発」で開発した CTT 材を用いて、②(b)、②(c)の課題解決に向けた検討を行うとともに、大型モデル部材や実物大モデル部材を成形・評価して、材料開発にフィードバックを行い、中間目標である「60%軽量化を実現するための、中間基材の製造に係る要素技術の確立」の見込みを得た。さらに、岐阜大学と協業で、シームレス中空部材の成形技術開発の検討を行った。

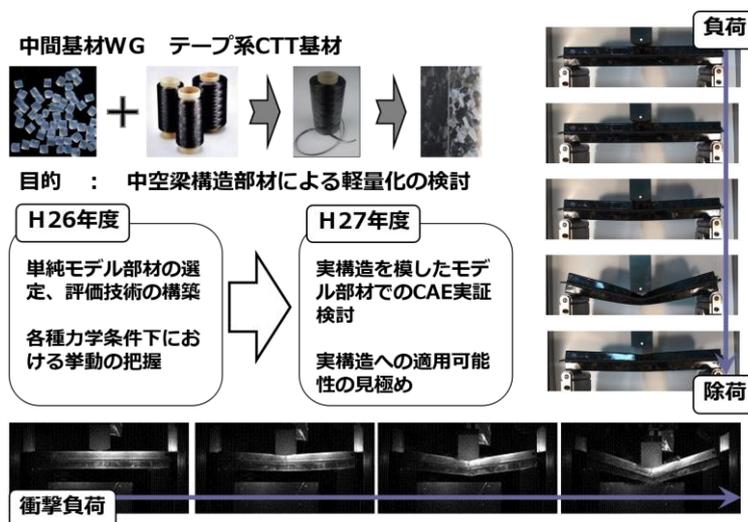


図 3-2.7.4-20 中間基材 (テープ系)

テープ系基材のもう一つの検討として、その低コスト化も進めた。図 3-2.7.4-21 は炭素繊維シートを薄くすることで樹脂含浸の必要圧力を下げて生産性を 10 倍にしたものである。層が薄くなることにより、部材の性能がさらに上がり、ばらつきも小さ

くなるなどのメリットが確認されている。また、さらに CAE の精度をあげたり、成形時のプレス圧を下げて設備投資コスト削減を実現するための検討も進められている。学術的にも、この不連続繊維の力学特性モデリング関連で複数の学会賞を受けている。

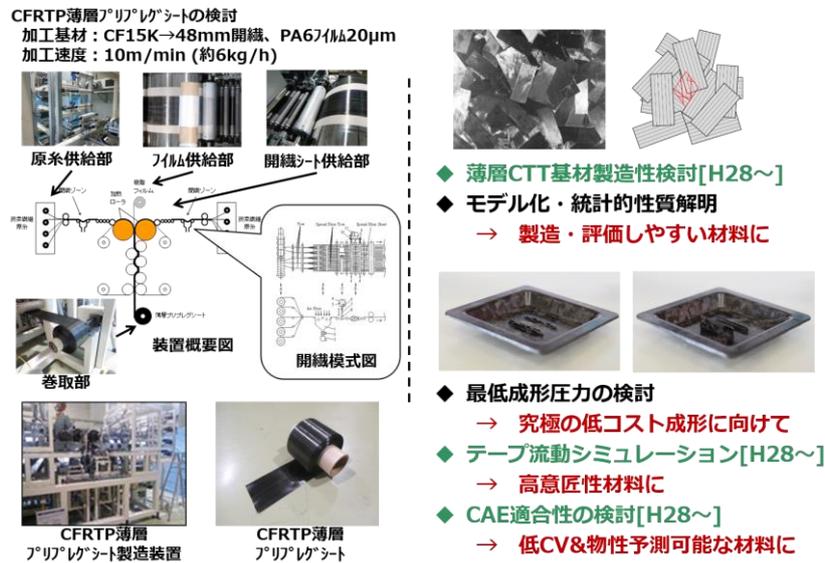


図 3-2.7.4-21 中間基材（薄層テープ系）

リサイクル材

以上、マット、連続、テープとそのハイブリッド基材を紹介したが、リサイクル基材の検討も行った。自動車の量産を考えた場合、鉄の場合もそうだが、ロール状の素材をカットしてプレス・接合する際に必ず端材が出る。炭素繊維は高価な材料なので、その端材を使ってバージン材と同等の自動車部材が製造できれば、コスト面での大きなメリットになるし、もちろんこの技術は市場ゴミのリサイクルにも活用できる。そこで、図 3-2.7.4-22 に示されるように、樹脂を除去しながら同時に炭素繊維表面の官能基を回復する手法の検討を進める一方で、リサイクル繊維を用いてバージン材同等の自動車部材を作るための手法を絞り込んだ。既にマット系ではバージン材同等の性能の部品がリサイクル材から製造できることが明らかになっており、引き続きテープ系での実現を目指した検討を進めた。

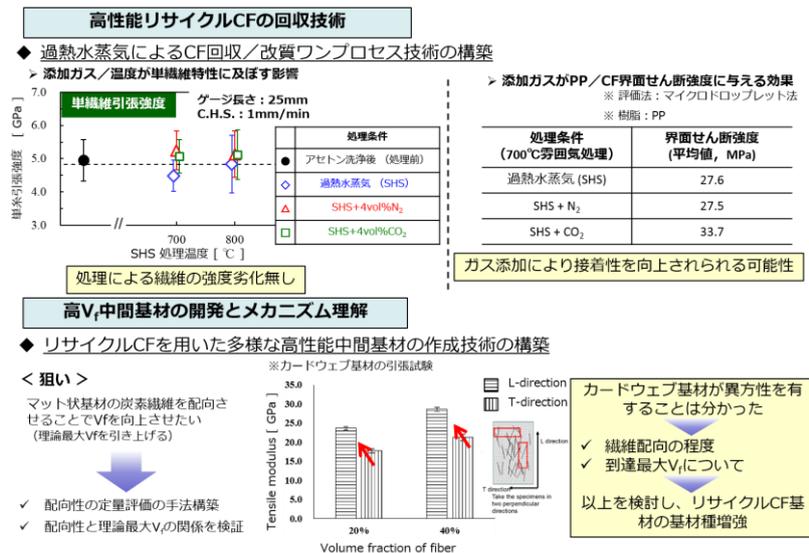


図 3-2.7.4-22 中間基材 (リサイクル材系)

②(b)熱可塑性 CFRP の性能評価技術の開発

性能評価技術開発のテーマでは、新たに開発した試験法と既存の試験法を適宜組み合わせ、強化形態の異なる数種類の開発材料の材料特性値を高精度に取得するとともに、その特性発現メカニズムを解明し、それによって理論モデルの構築・定式化を達成してきた。また、そのモデルを数値解析シミュレーションに適用して、部材性能や材料特性の予測技術の開発に取り組み、シミュレーション上での再現性を検証中である。

図 3-2.7.4-23 は、曲げ負荷中に試験片の内部を X 線 CT により可視化できる新しい分析システムであり、曲げ非線形挙動と損傷深さの関係性を明らかにすることができた。また、温度・速度の違いによって曲げ損傷の様子が異なることが明確化され、材料モデルの定式化に貢献している。

図 3-2.7.4-24 は、面外せん断の応力ひずみ特性を検出する新たな試験法であり、従来の試験法では計測が難しかった非線形特性を取得するのに成功した。特に、開発材の面外方向の破断ひずみは CAE モデル構築に重要な材料パラメータであり、CAE 予測精度の向上に役立った。引き続き計測精度を様々な観点から検証していく。

図 3-2.7.4-25 は、新たに取得した面外せん断非線形特性も活用し、中空クラッシュボックスの落錘軸圧潰挙動の数値解析モデルによる再現性を実験結果と比較したものである。プログレッシブ破壊進展の様子を再現できただけでなく、衝撃エネルギー吸収性能も実験とほぼ一致させることができた。ここで培った解析モデルの構築ノウハウは、具体的な衝撃部材の設計・実用化に貢献することが期待できる。

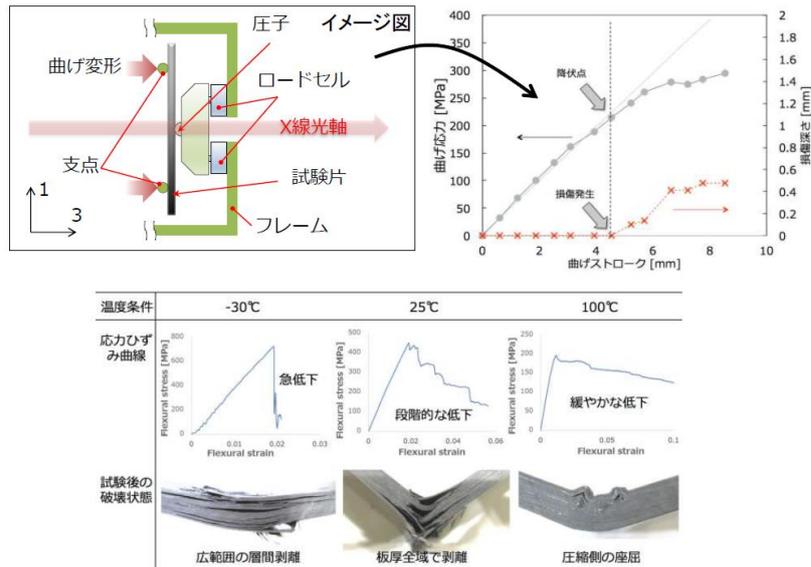


図 3-2.7.4-23 性能評価技術(曲げ試験法と損傷メカニズム)

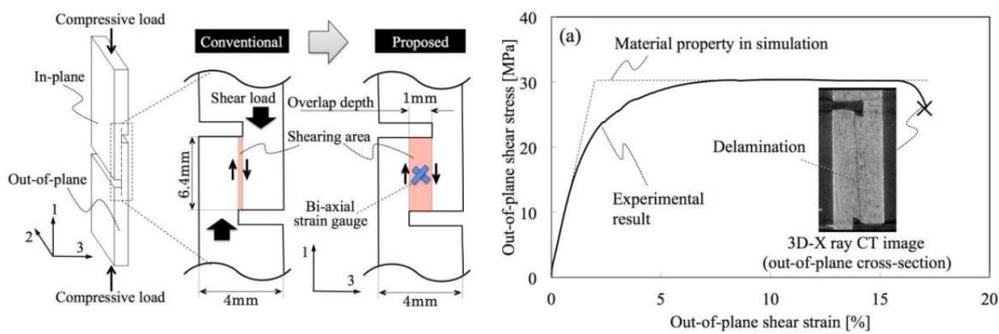


図 3-2.7.4-24 性能評価技術(面外せん断試験法)

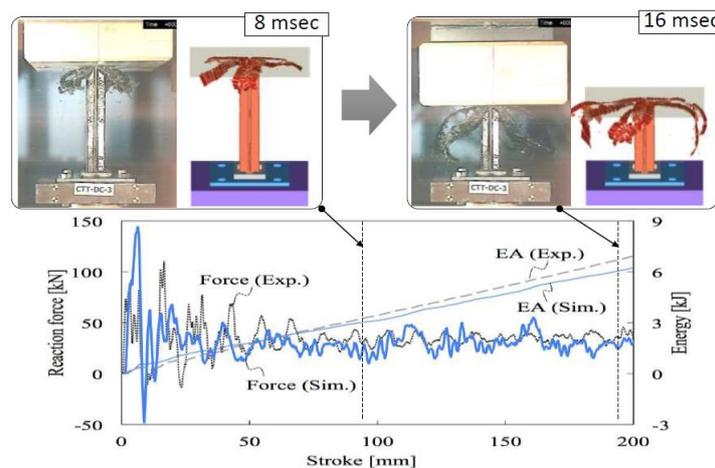


図 3-2.7.4-25 性能評価技術(軸圧潰挙動の数値解析と実験の比較)

②(c)熱可塑性 CFRP を用いた構造設計技術の開発

構造設計のテーマでは、熱可塑性 CFRP に適した構造形状のあり方を検討している。複合材料は面内方向と面外方向の特性差が 1 桁から 2 桁あることで、航空機や圧力容

器など主に面内方向の特性だけを使う用途では圧倒的な軽量性を発揮した。しかし自動車のようにコーナー部や突起がたくさんあり、曲げやねじり荷重もふんだんに受ける複雑構造では、この極端な異方性を正しく考慮した設計を行う必要がある。

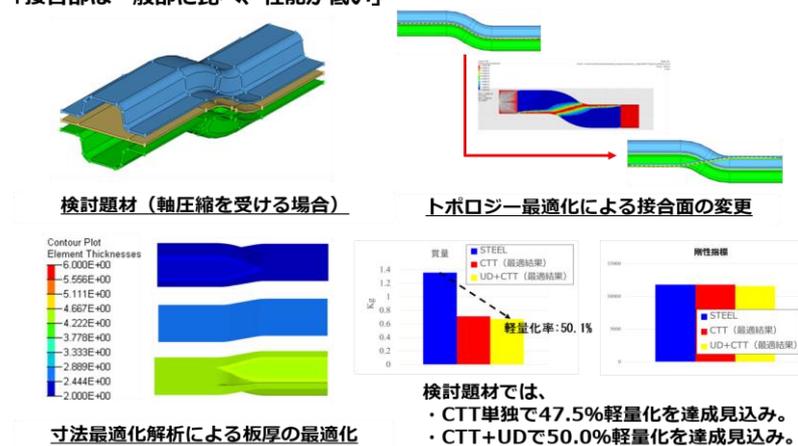
そこで、**図 3-2.7.4-26** に示されるように、金属材料用に開発されている構造最適化ソフトを異方性が使えるように改造したが、上述のように複合材料には性能の大きく異なる基材があり、また実際にハイサイクル成形できる形で無ければならないので、それらも含めた最適化を考える必要がある。現在の所、最も軽量化が困難とされている中空ビーム部材において、構造最適化により 50%以上の軽量化デザインができるようになっている。

また、強度設計においても、極端な強度の異方性を考慮する必要があり、板厚方向の破壊を想定していないシェル要素が使えないという問題がある。そこで、**図 3-2.7.4-27** に示されるように、ソリッド要素とシェル要素のハイブリッド要素を開発し、層間剥離を伴う破壊プロセスも精度良く、かつ高速にシミュレーションできようになった。また、そもそもこのような層間剥離現象が起こらなければ、素材の持つ高い性能を使い切ることができ、かつ CAE の難易度も大幅に下げることが出来ることから、層間剥離が起こらない部材形状の提案も行った。

以上を踏まえ、**②(a)**で示したように、各種大型モデル部材や実物大モデル部材を試作し、構造 CAE 解析との比較を行った結果、汎用の解析ソフトを用いているが、**②(b)**で開発した技術を用いることによって、部材剛性が設計できることが示された。

複合材への構想最適化手法の活用方法を検討する。

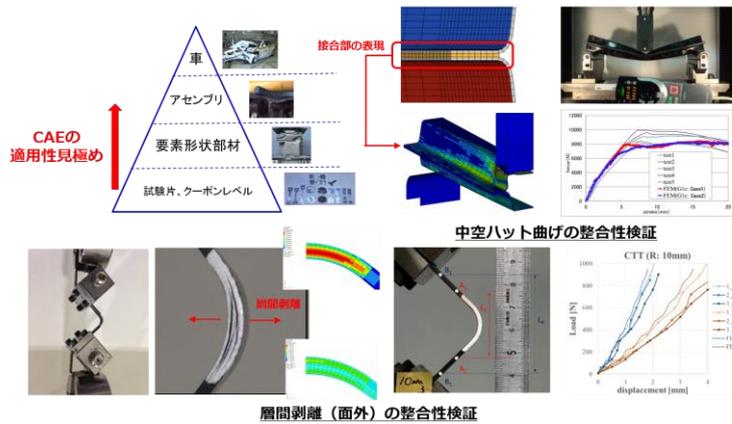
※複合材の特徴：「繊維の向きをコントロールすることで特性が変わる」、
「接合部は一般部に比べ、性能が低い」



◆ 剛性設計する場合、複合材に適する構造最適化手法が見出せた。

図 3-2.7.4-26 構造設計技術 (1)

実車のCAEを実施するには、材料特性を正しく表現することに加えて、実部品を表現するためのCAE解析手法が必要である。



- ◆ 中空ハット部材の接着部の材料特性を表現することで、曲げを精度良く再現できた。
- ◆ 層間剥離現象を精度良く再現できた。

図 3-2.7.4-27 構造設計技術 (2)

②(d)熱可塑性 CFRP の成形加工技術の開発

最後に、成形加工のテーマでは、図 3-2.7.4-28 に示されるように、これまでに世界中で提案されている各種成形手法を比較検討することからはじめて、量産車の低コスト成形に適した成形方法を絞り込んだ。特に、複雑な形状を 1 分以内のサイクルで成形する方法としては、本プロジェクトで開発しているような不連続繊維を用いた基材が不可欠である。現在は、さらに低い圧力での成形が可能となる方法を検討しており、これにより生産ラインでのプレス機の容量が 1000t 以下と小さくなって、設備投資コスト削減から、部材単価がさらに下がることにつながると期待できる。

また、基礎検討を行うテーマでは、個々の基材用の非常に管理された良い条件のもとで、素材の持つ性能を十分に発揮する検討を行った。が、実際の成形では様々な材料が同じ装置で成形加工されることから、マルチマテリアル化に向けてはそのような現実的な状況下での科学的な解決方法も研究対象となる。そこで、図 3-2.7.4-29 に示されるように、種々の基材、あるいはそれらのハイブリッド材を同じヒーターで加熱する場合や、さらに金属材料との同時成形や後加工としての接合を行う場合の温度制御、成形・接合時の圧力制御についての検討を行った。この検討は平成 26 年度末に装置の一部を導入し、最適形状や接合検討のための装置も平成 27 年度に導入した。

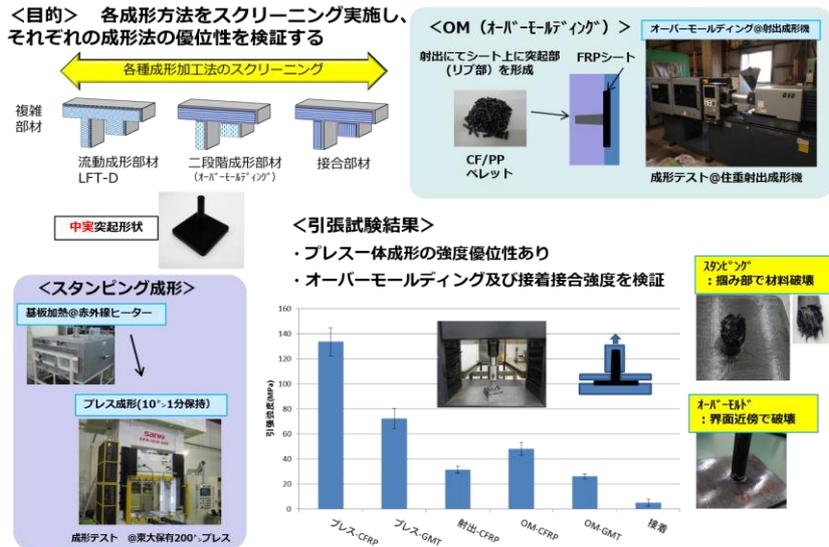


図 3-2.7.4-28 成形加工技術 (1)

- ◆ 成形プロセス検討に必要な装置の一部を導入完了後に検討実施
- ◆ 構造設計 WG の提案形状、接合 WG の提案接合を導入

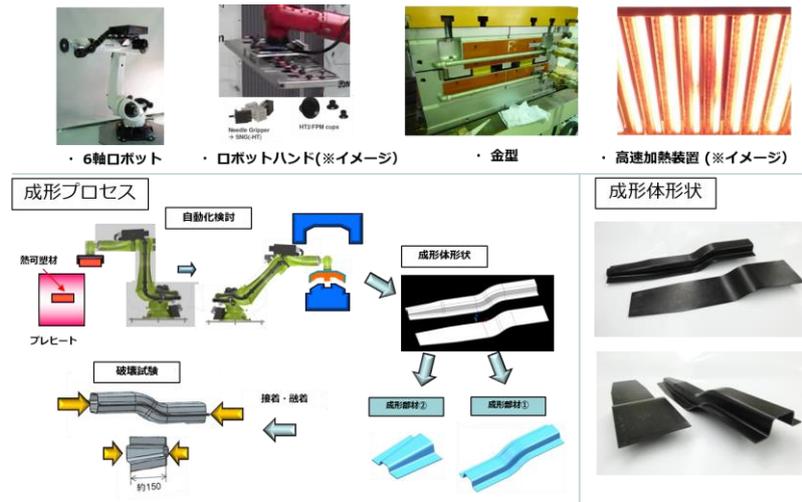


図 3-2.7.4-29 成形加工技術 (2)

(3)成果の普及（論文、外部発表等）

表 3-2.7.4-3 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等 ※
	査読付 き	その 他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2013FY	8	0	47	5	0	0	0	1	0
2014FY	8	0	27	8	0	0	3	1	1
2015FY	2	2	37	4	1	0	2	0	0
2016FY	16	2	32	1	1	0	1	0	1
2017FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2018FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2019FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2020FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2021FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2022FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
合計	34	4	143	18	2	0	6	2	2

(4)知的財産権等の確保に向けた取り組み（戦略に沿った取り組み、取得状況）

表 3-2.7.4-4 特許の件数（内訳） 【2023年2月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT 出願※
2013FY	0	0	0
2014FY	0	0	0
2015FY	3	0	0
2016FY	3	0	0
2017FY	2	0	0
2018FY	3	0	0
2019FY	0	0	0
2020FY	0	0	0
2021FY	0	0	0
2022FY	1	0	0
合計	12	0	0

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

2.7.4.3 参考文献

特になし